N° d'enregistrement
au C.N.R.S.
A O 7154

THESE DE DOCTORAT D'ETAT ES SCIENCES : PHYSIQUE

présentée

A L'UNIVERSITE PARIS VI

par

S C H U T Z Richard

Ing.- Chimiste E.S.C.M., Docteur - Ingénieur,

pour obtenir

le grade de Docteur Es Sciences

---

# "CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA TENUE A LA FATIGUE DES FIBRES TEXTILES"

soutenue le 16 juin 1972

devant la Commission d'Examen

MM. G. CHAMPETIER Président
P. SIGWALT Examinateurs
C. WIPPLER
J. MEYBECK

N° d'enregistrement
au C.N.R.S.
A O 7154

THESE DE DOCTORAT D'ETAT ES SCIENCES : PHYSIQUE

présentée

A L'UNIVERSITE PARIS VI

par

S C H U T Z Richard

Ing.- Chimiste E.S.C.M., Docteur - Ingénieur,

pour obtenir
le grade de Docteur Es Sciences

---

# "CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA TENUE A LA FATIGUE DES FIBRES TEXTILES"

soutenue le 16 juin 1972

devant la Commission d'Examen

MM. G. CHAMPETIER Président
P. SIGWALT Examinateurs
C. WIPPLER
J. MEYBECK

UNIV.
LEIDEN
BIBL.

Académie de Paris

UNIVERSITE de PARIS VI
11, Quai Saint Bernard - Paris 5

SERVICE DE LA SCOLARITE
Bureau des Enseignements du 3e Cycle

tél. 336.25.25 et 325.12.21

# PERMIS D'IMPRIMER

DOCTORAT : DOCTORAT ES SCIENCES

THESE DE : SCIENCES PHYSIQUES

NOM : Monsieur SCHUTZ

Prénoms : Richard

né le 2 avril 19 24 à COLMAR Dépt : HAUT RHIN

1ère THESE : "CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA TENUE A LA FATIGUE DES FIBRES TEXTILES"

2e THESE (Propositions faites par l'Université) :

PRESIDENT : M. CHAMPETIER

EXAMINATEURS : M. SIGWALT
M. WIPPLER

MEMBRES INVITES : M. MEYBECK

Vu et Approuvé

PARIS, le 5 juillet 1972

Le Président

de l'Université de PARIS VI

Digitized by the Internet Archive
in 2026

https://archive.org/details/IA41549217_0016

# E R R A T A

| Page | Ligne | Au lieu de | Lire |
|---|---|---|---|
| 10 | 13 | les craquelures... par opposition | par craquelures... en opposition |
| 39 | 1 | écoulement et qui | écoulement qui |
| 45 | 19 | doit changer | devrait changer |
| 54 | 23 | en renseignements | de renseignements |
| 56 | 34 | précisions par | précisions à la |
| 61 | 1 | (19 _) | (1964) |
| 61 | 2 | on observerait | on n'observerait |
| 62 | fig. | $E_1 = E_0 + \Delta E - c\lambda\sigma$<br>$E_2 = E_0 - \Delta E + c\lambda\sigma$ | $E'_1 = E_0 + \Delta E - c\lambda\sigma$<br>$E'_2 = E_0 - \Delta E + c\lambda\sigma$ |
| 63 | 15 | potentiels soit proport... | potentiels est prop... |
| 71 | 2 | mais aussi en tenant compte | mais qu'en tenant compte aussi |
| 79 | 13 | tandis que le second | , le second |
| 117 | 8 | il y aurait | il y avait |

A ma Femme,

A mes Enfants,

Cette thèse est l'aboutissement de réflexions faites et d'expériences acquises à l'occasion de divers travaux dans le domaine textile, qui n'avaient pas pour motif principal la recherche d'une théorie de la fatigue, et qui ont été effectués au cours de vingt deux ans d'activité tant au Centre de Recherches Textiles de Mulhouse qu'à l'Ecole Supérieure de Chimie de cette même ville.

Aussi voudrais-je d'abord exprimer ma reconnaissance à Monsieur le Professeur J. MEYBECK, directeur de ces deux établissements, qui m'a donné l'occasion de poursuivre mes investigations concernant ce difficile problème de la fatigue textile, dans le cadre des tâches qu'il m'a confiées, en mettant à ma disposition les moyens nécessaires.

Malgré leurs très lourdes charges, et particulièrement à cette date,

Monsieur le Professeur G. CHAMPETIER a voulu bien me faire l'honneur d'accepter de présider le jury chargé d'examiner ce travail,

Monsieur le Professeur P. SIGWALT a consenti à en faire partie et à assumer les fonctions de rapporteur,

Monsieur le Professeur C. WIPPLER a également accepté d'être membre de cette commission d'examen,

Qu'il me soit permis de leur exprimer à chacun ma très vive gratitude.

Ce travail est aussi le fruit d'entretiens et de collaboration active avec mes collègues

de l'Institut Textile de France : Messieurs JACQUEMARD, SOTTON, SUGIER, HAGEGE et PARISOT,

et plus particulièrement du Centre de Recherches Textiles : Mesdemoiselles HUNZINGER, BRUNNER et RAEDERSTOFF, de notre service des "essais mécaniques" et surtout Monsieur EXBRAYAT, de notre service "encollage", ainsi que Messieurs CHABERT et VIALLIER du service de physique et Monsieur DEHR avec ses adjoints de l'atelier d'entretien et de construction,

sans oublier mes anciens élèves Messieurs BLIN et HUS, ni Mademoiselle WALTER qui a dactylographié ce texte,

que tous soient vivement remerciés pour leur aide appréciée.

---

TABLE DES MATIERES


I - INTRODUCTION : DE LA NOTION DE FATIGUE ..... 1 - 5

II - DE LA STRUCTURE (TEXTURE) DES MATIERES TEXTILES ..... 6 - 19

II - 1. INTRODUCTION ..... 6
II - 2. CARACTERES STRUCTURAUX COMMUNS ..... 6
II - 3. TEXTURE "DES MATIERES TEXTILES" ..... 11
II - 4. LES "ETATS" DES MATIERES TEXTILES ..... 13
II - 5. CONCLUSIONS ..... 19

III - STRUCTURE ET RHEOLOGIE ..... 20 - 46

III - 1. AVANT-PROPOS ..... 20
III - 2. CAS DU CRISTAL ..... 20
III - 3. CAS DE L'ELASTOMERE ..... 24
III - 4. CAS MIXTE : CARACTERES CRISTALLIN ET AMORPHE (CAOUTCHOUTIQUE) .. 32
III - 5. CARACTERES CRISTALLIN ET AMORPHE (NON CAOUTCHOUTIQUE) ..... 36
III - 6. LE CAS DES TEXTILES ..... 43
III - 7. CONCLUSIONS ..... 46

IV - ETUDE DU PHENOMENE DE LA FATIGUE ..... 53 - 73

IV - 1. INTRODUCTION ..... 53
IV - 2. LA FATIGUE STATIQUE ..... 54
IV - 3. LA FATIGUE DYNAMIQUE ..... 57
IV - 4. CONCLUSIONS ..... 73

IV - 4. 1. Concernant la nature de la fatigue ..... 73
IV - 4. 2. Concernant l'initiation ..... 73
IV - 4. 3. Concernant la croissance ..... 73

V - METHODES ET APPAREILS DE FATIGUE TEXTILE ..... 75 - 85

V - 1. AVANT-PROPOS ..... 75
V - 2. ABRASION "TEXTILE" ET ABRASIMETRE ..... 77

V - 2. 1. Introduction ..... 77
V - 2. 2. Sévérité de l'abrasion ..... 78
V - 2. 3. Construction d'un abrasimètre ..... 79

V - 3. EXTENSIONS REPETEES ET EXTENSEURS ..... 79

V - 3. 1. Introduction ..... 79
V - 3. 2. Sévérité ..... 81
V - 3. 3. Construction d'un extenseur ..... 85

V - 4. CONCLUSIONS ..... 85

VI - ETUDE STATISTIQUE ..... 88 -103

VI - 1. AVANT-PROPOS ..... 88
VI - 2. RECHERCHE D'UNE EXPRESSION GENERALE ..... 91

VI - 2. 1. Introduction ..... 91
VI - 2. 2. Forme générale probabiliste de l'occurrence de la défaillance. 93


...

VI - 3. APPLICATION AU CAS DE LA FATIGUE..... 96

VI - 3. 1. Considération de base..... 96
VI - 3. 2. Cas de loi de Weibull..... 97
VI - 3. 3. Cas de loi d'Erlang (Gamma généralisée)..... 99
VI - 3. 4. Application de la loi de Weibull..... 101

VI - 4. CONCLUSIONS..... 103

VII - VERIFICATION EXPERIMENTALE DE LA THEORIE STATISTIQUE..... 104 - 119

VII - 1. AVANT-PROPOS..... 104
VII - 2. COLLATION DES RESULTATS - MODES DE PRESENTATION..... 106
VII - 3. APPLICATION DE LA CORRECTION DE $t_{i2}$..... 107
VII - 4. QUELQUES EXEMPLES TYPIQUES D'APPLICATION..... 108

VII - 4. 1. Cas de filés de coton : abrasion..... 119
VII - 4. 2. Cas de filés : "mélange de fibres"..... 111
VII - 4. 3. Exemple de "flexabrasion"..... 113

VII - 5. CONCLUSIONS SUR L'INTERPRETATION DES RESULTATS..... 116

VII - 5. 1. Nombre d'essais..... 116
VII - 5. 2. Effet de sévérité..... 116
VII - 5. 3. Définition de la sévérité de la fatigue..... 117
VII - 5. 4. Définition de la tenue à la fatigue..... 117

VIII - CONCLUSIONS GENERALES..... 120 - 124

ANNEXES..... A1/1-A3/3

A1 ETUDE DE LA "SORPTION" GAZEUSE PAR LES SOLIDES POREUX..... A1/1

Principe : Adsorption superficielle..... A1/1
Cas de la présence de pores..... A1/3
Cas de fibres textiles..... A1/4
Mesures..... A1/4

A2 DETERMINATION DE LA POROSITE PAR LA METHODE DITE D'EXCLUSION DE SOLUTE ("SOLUTE EXCLUSION")..... A2/1

Origine..... A2/1
Principe..... A2/1
Application pratique..... A2/1
Molécules de "dextranes" disponibles sur le marché (suédois)..... A2/3
Applications au cas de fibres de viscose fatiguées et non fatiguées... A2/4

A3 APPLICATION DE LA DIFFRACTION DES RAYONS X AU CAS DE LA LAINE..... A3/1

Méthode..... A3/1
Appareil utilisé..... A3/1
Technique appliquée à la laine..... A3/1
Résultats..... A3/3

BIBLIOGRAPHIE..... B1 - B14

---

# I - INTRODUCTION : DE LA NOTION DE FATIGUE...

Dans le langage courant, la fatigue correspond à un état passager de résistance amoindrie résultant d'efforts, mais qui suppose généralement une possibilité de récupération après repos. Par contre, le vieillissement correspondrait à une diminution de la capacité de travail de façon persistante.

Ainsi P. DUBOIS (1963) (p. 492) définit le vieillissement des matières plastiques *"par l'évolution irréversible, généralement lente, de certaines de leurs propriétés, dans un sens qui est le plus souvent défavorable à l'usage... L'irréversibilité des propriétés acquises par le vieillissement, signifie donc une transformation définitive plus ou moins accusée dans le matériau après la suppression de la cause qui l'a provoquée"*.

La ou les causes provoquant le vieillissement (ageing), peuvent être de natures très diverses : chimiques (oxydation notamment) physiques (rayonnements) ou mécaniques (abrasion, flexion, torsion, etc...).

Dans le domaine textile, on parle d'un article fatigué quand après un plus ou moins long usage, il est irréversiblement déformé ou même décoloré, lustré et troué : dans ce dernier cas il s'agit d'une "fatigue" extrême, mais localisée.

Selon la discipline de la résistance des matériaux, la fatigue se manifeste par les effets "catastrophiques" comme les qualifient nos collègues anglais (J.W.S. HEARLE, 1972 ; A.N. GENT, P.B. LINDLEY, A.G. THOMAS, 1964) d'une évolution de la structure d'un matériau par suite de l'application de sollicitations répétées.

Le vieillissement et la fatigue sont donc suffisamment proches pour être confondus ; toutefois il semblerait que l'on réserve plutôt le terme de vieillissement pour le cas de l'action d'agents extérieurs : oxygène, ozone, irradiations, qui modifient l'entité chimique du polymère, tandis que la fatigue concernerait plutôt l'action de sollicitations plus spécifiquement

En fait "fatigue" (ou "vieillissement") couvre de nombreuses acceptions en liaison avec :

- le type de sollicitation (mécanique, chimique, thermique, électrique...) engendrant la fatigue,

- le mode de manifestation de la fatigue et ceci encore en fonction de :

- la nature et de l'état du matériau soumis à la fatigue,

- et des conditions de la sollicitation (intensité, cadence de répétition, mais aussi : environnement).

Par la suite nous utiliserons exclusivement le terme de "fatigue" auquel nous donnerons une signification large.

En effet, selon la résistance des matériaux et le plus souvent, par fatigue on entend l'aboutissement d'un processus d'évolution structurale jusqu'à la dégradation fatale plus ou moins localisée ; mais on peut également concevoir la fatigue - ce que nous ferons - en tant que processus évolutif, pour nous attacher également au mécanisme de l'apparition de la défaillance depuis l'origine.

Néanmoins, la fin essentielle d'une telle étude reste la prévision d'une tenue à la fatigue.

Sous cet aspect, le problème de la fatigue, s'apparente à ceux de la durée de vie et de fiabilité étudiés plus particulièrement en rapport avec leur caractère statistique.

La prévision suppose une confrontation et une corrélation suffisamment significative entre un essai particulier (en laboratoire) sur échantillon-parfois en "vieillissement accéléré"-et le comportement à l'usage, permettant au moins un classement identique dans la"solidité à l'endurance" qui est encore une autre expression de la tenue à la fatigue ; l'expression "comportement à l'usage" est à prendre dans un sens large : ainsi pour le textile, il peut s'agir de la tenue en cours d'élaboration (filature, tissage) comme de la tenue "au porter".

Si l'étude du comportement à la fatigue de matériaux textiles a été maintes fois entreprise pour essayer d'établir quelque corrélation entre les résultats au porter et ceux obtenus par divers types d'épreuves de laboratoire, les conclusions ont été plutôt décourageantes.

A titre d'exemple, citons la très sérieuse Wool Science Review n° 32 (juillet 1967) p. 17 - 18 en ce qui concerne le cas de la tenue à l'abrasion : (version française :)

*"Il importe tout d'abord de projeter une lumière sur la question des essais d'abrasion en général, en citant trois déclarations importantes d'autorités compétentes en provenance de différents pays. Ces déclarations ont valeur d'avertissement : le fait qu'un certain appareil ait été inventé et développé, et qu'on le trouve dans le commerce, est souvent considéré comme une preuve que, en conséquence, les résultats obtenus peuvent être utilisés pour prédire la durée d'usage relative de tissus, alors qu'il se peut que cela soit faux en l'absence d'essais corrélatifs à l'usage".*

"La première de ces déclarations est extraite d'un rapport des directeurs des Associations britanniques de recherche textile (1964), dans lesquels les résultats d'essais d'abrasion inter-laboratoires sont examinés :

*"Il existe des variations importantes entre les différents types d'essais d'abrasion dans les comparaisons entre les tissus qui ont été examinés. Ces variations semblent être en relation avec les conditions du travail de la machine, et particulièrement avec la pression entre l'abrasif et l'échantillon. Les différences sont telles, qu'en l'absence de preuves indépendantes, on ne peut admettre que les résultats obtenus dans un essai d'abrasion déterminé constituent nécessairement une indication sûre du comportement de l'article dans des conditions pratiques données".*

"Les deuxième et troisième déclarations proviennent d'un rapport du groupe de travail de l'American Society of Testing Materials sur l'abrasion (1953) :

...

*"La concordance entre les essais à l'usage et en laboratoire n'est donc pas très bonne pour ces trois tissus. En fait, à l'exception du tissu N° 4, la concordance entre les essais à l'usage et en laboratoire ne permet pas, pour l'essentiel, de formuler des conclusions...*

*Les conclusions ci-dessus montrent clairement qu'il serait précaire de vouloir prédire le comportement relatif à l'usage, d'un groupe de tissus divers, à partir des résultats d'essais en laboratoire".*

*Enfin la commission technique de l'Association Internationale de la Teinture Textile (1965), a effectué un essai inter-laboratoire extrêmement complet en utilisant différents types d'abrasimètres et a établi également un rapport très pertinent concluant, qu'il n'a pas été possible de trouver des facteurs de comparaison permettant de convertir les résultats d'une machine en résultats d'une autre machine".* (fin de citation de W.S.R.)

Par ailleurs, lors du colloque sur les propriétés des fibres, organisé conjointement par le Groupement d'Avancement pour la Mécanique Industrielle (GAMI) et l'Institut Textile de France (ITF) à Boulogne le 28 juin 1971, où ce problème de l'évaluation de la tenue à la fatigue a été évoqué, il ressortait de la discussion, que d'une manière générale, quel que soit le type de matériau considéré, la correspondance entre les classements de tenue à la fatigue obtenus en pratique et en laboratoire semblait loin d'être satisfaisante ou même seulement approximativement acceptable..

N'est-il donc pas possible d'aboutir ?

En fait, à notre avis, les échecs enregistrés dans cette confrontation, ne sont imputables qu'à l'absence d'une analyse approfondie du problème, avant d'effectuer des essais de simulation.

...

Une étude rationnelle de la tenue à la fatigue comporterait :

- une détermination du ou des mécanismes de l'apparition de la défaillance fatale, ce qui suppose une connaissance de la structure et de son évolution possible sous l'effet de contraintes,

- une caractérisation de la sollicitation et une définition des conditions de fatigue,

- l'établissement de bases permettant la comparaison de tenues à la fatigue.

C'est suivant cette méthode que nous avons essayé d'aborder ce problème vraiment complexe de la fatigue.

---

## II - DE LA STRUCTURE (TEXTURE) DES MATIERES TEXTILES

### II - 1. INTRODUCTION.

Les matières textiles sont extrêmement diverses et à première vue ne se ressemblent que par leur forme en filament caractérisé par une finesse qui, exprimée en "diamètre" moyen de section transversale, correspond à 5 - 50 micromètres, et par un rapport longueur/diamètre moyen supérieur à 1000.

Par ailleurs, si certaines d'entre elles correspondent à une entité macromoléculaire simple bien définie (polyamide 6-6, polyester téréphtalique...) les fibres d'origine naturelle (la laine, le coton...) sont composées de plusieurs types de produits selon la partie morphologique considérée.

En faisant abstraction de la nature chimique des polymères les composant, on peut néanmoins mettre en évidence plusieurs aspects similaires qui sont plus ou moins spécifiques aux fibres textiles.

### II - 2. CARACTERES STRUCTURAUX COMMUNS.

Nous avons affaire à des substances macromoléculaires.

Dans tous les cas, il s'agit de ce qu'on a appelé des "polymères semi-cristallins", c'est-à-dire des corps dont une partie est hautement ordonnée et organisée qui s'assimile à un réseau cristallin et une partie au contraire désordonnée et que l'on désigne par "amorphe".

Des raisons thermodynamiques et de cinétique de cristallisation, font penser que pour ces polymères semi-cristallins la transition entre les domaines cristallins et les domaines amorphes soit relativement brutale, même si certaines macromolécules participent à la fois des domaines organisés et amorphes, comme l'a confirmé MERCIER J.P. (1968) par une étude des propriétés rhéologiques de polycarbonate.

...

De plus, la plupart des fibres possèdent une substructure fibrillaire, particulièrement accentuée dans le cas de celles d'origine naturelle. Ainsi pour la laine on distingue les fibrilles, les microfibrilles et même les protofibrilles ; ces dernières correspondraient à un assemblage de 5 chaînes polypeptidiques selon P. KASSENBECK (1965), ou 11 (9 et 2 centrales) selon l'école australienne (R.D.B. FRASER, T.P. MACRAE, A. MILLER, F.H.C. STEWART, E. SUZUKI, 1965), à côté des ciments interfibrillaires ("matrice") et intercellulaires. Pour le coton, le réseau fibrillaire est facilement mis en évidence par traitement aux ultrasons ou plus simplement par écrasement après gonflement de la préparation microscopique en milieu acide ou basique de préférence : ce réseau se présente sous forme de spirales croisées.

Pour les fibres artificielles, comme les viscoses par exemple, ce sont essentiellement les matières fortement organisées (les fibres modales ou les polynosiques) qui présentent une structure fibrillaire rappelant - quoique avec un degré d'ordre plus faible - celle du coton (N. DRISCH, R. PRIOU, 1962).

Par les techniques de pelage (J. DAVIDOVITS, 1971) on peut aussi révéler le caractère fibrillaire des fibres d'origine synthétique.

La structure lamellaire, mise en évidence dans de nombreux cas (dans l'orthocortex de la laine, dans la membrane secondaire du coton, dans les polyamides), peut être à l'origine de la fibrillation, comme le supposent J.W.S. HEARLE et R. GREER (1970), car les fibrilles ne seraient que des empilements (stacks) de lamelles, avec des défauts plus ou moins continus dans ces dernières.

Par ailleurs, si l'on soumet certaines fibres aux ultra-sons, on révèle une structure fibrillaire, et submicrofibrillaire (voir par exemple : LARTICLE, LEFEBVRE et EECKMAN, 1968, pour les polyacrylonitriles) ce qui suppose que les lamelles ne sont que des empilements de fibrilles.

On peut déduire de cet ensemble que les structures lamellaires et fibrillaires s'impliquent réciproquement.

DOLMETSCH (1970) a étudié systématiquement les structures fibrillaires des matières textiles naturelles et chimiques et relève que dans les matières naturelles, les fibrilles sont régulièrement groupées en faisceaux continus ; pour les polyoléfines, polyamides et polychlorure de vinyle, les macrofibrilles ne forment des faisceaux que sur des longueurs relativement courtes pour se ramifier ensuite ; pour les polyacrylonitriles et pour les polyesters les ramifications sont si importantes qu'on ne peut distinguer de "faisceaux" même sur de courtes longueurs. Le gonflement par divers réactifs semble dans un premier temps, respecter la structure microfibrillaire, tout en provoquant une séparation et éventuellement un accroissement de l'hélicité des fibrilles entraînant un gonflement radial et un retrait longitudinal.

En outre, toutes les fibres présentent une anisotropie périphéricoaxiale ; ainsi on distingue : la "cuticule" protégeant le "cortex" (ortho, para) de la laine, la "membrane primaire" enveloppant la masse de la "membrane secondaire" du coton, ou la "peau" par opposition au "coeur" pour les fibres chimiques (artificielles et synthétiques) dont la formation est brutale. Bien qu'il soit difficile de mesurer de façon précise l'orientation exacte des macromolécules dans les fibres comme l'a analysé de façon critique W.O. STATTON (1967), il se confirme néanmoins que d'une façon générale les molécules de la "peau" semblent plutôt orientées radialement, tandis que celle du "coeur" le sont plutôt longitudinalement comme l'avait déjà souligné KASSENBECK P. dès 1956. La surface extérieure est irrégulière et présente des "défauts" :"grosseurs" ou "trous" à l'échelle de la microscopie électronique.

Enfin, toutes les matières textiles présentent une porosité, c'est-à-dire des pores, des cavités, des vacuoles, des failles que l'on a particulièrement bien mis en évidence, ces dernières années non seulement par les techniques classiques d'adsorption gazeuse pour la mesure de surfaces spécifiques accessibles (voir Annexe $A_1$), mais aussi par porosité au mercure (H.L. RITTER, L.C. DRAKE, 1945), par application de la loi de WASHBURN, selon laquelle $p = 2 \sigma \cos \theta / r$ (où p = pression nécessaire au mercure pour pénétrer un pore de rayon r, $\sigma$ étant l'énergie superficielle du mercure, et $\theta$ l'angle de raccordement du mercure sur le matériau).

...

Une autre technique très récente dite "par exclusion de soluté" ("solute exclusion") proposée par J.E. STONE, A.M. SCALLAN, 1967 a été appliquée aux fibres cellulosiques par J.E. STONE avec d'autres collaborateurs (1968, 1969). Le principe de cette méthode est le suivant : on équilibre les fibres avec une solution de molécules calibrées en diamètre hydrodynamique et on détermine la porosité par les variations de concentration de la solution, le solvant seul (à l'exclusion du soluté) pénétrant dans les pores de diamètre inférieur à celui du diamètre hydrodynamique ; ce changement de concentration est mesuré avec précision par interférométrie. Cette méthode, délicate certes, permet d'atteindre des pores de 8 à 1600 Å de diamètre (J.E. STONE et coll. 1968) (voir Annexe $A_2$).

Par application de la diffusion centrale des rayons X, il a été possible de mesurer même les interstices au sein de la matière : solide, c'est-à-dire les vacuoles (pores fermés ou à ouverture sur l'extérieur étranglée) non accessibles aux gaz selon la loi de POROD G. (1967) sur le pouvoir diffusant (d'intensité I) d'un corps poreux en fonction de la surface spécifique S (m2/g)

$$S = \frac{16\ \pi^2\ 10^4}{m\ \nu\ a\ \mu^2}\ (\text{lim.}\ I\ s^3)$$

où : m = masse de matière (g) ; $s = 2\ \theta/\lambda$ ($\theta$ = angle en radians) de diffraction, $\lambda$ la longueur d'onde en Å ; $\nu = 0{,}00716\ \lambda^2$ ; a = l'énergie totale transmise par le faisceau (rectangulaire) et $\mu$ la masse spécifique de la matière en g/cm3. Pour avoir (lim. $I\ s^3$) on porte $I\ s^3$ en fonction de $s^3$ et on prend la valeur extrapolée pour $s^3 = 0$.

Selon A. RENOUPREZ (1967, 1969), on atteindrait les cavités de 2 à 500 Å, inaccessibles à l'adsorption gazeuse.

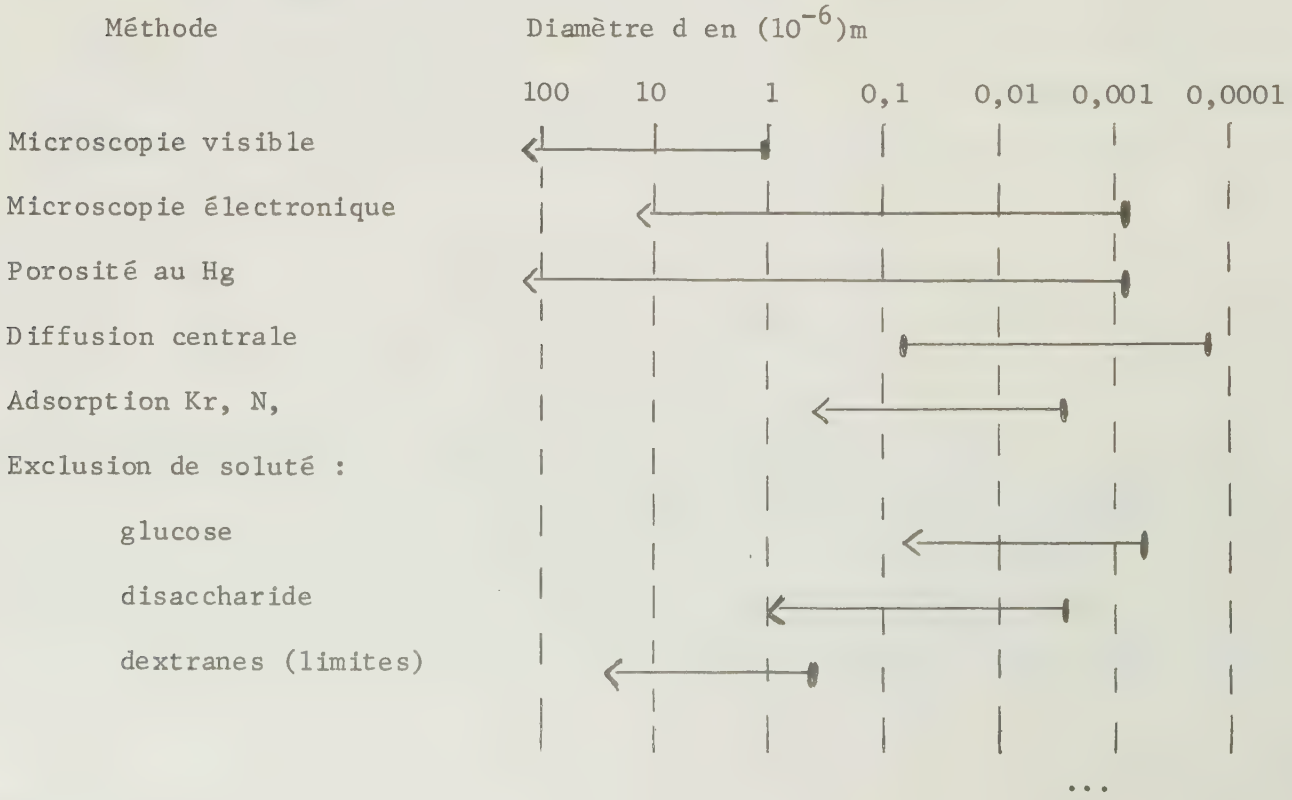
Enfin, on a pu visualiser ces pores, failles et vacuoles par des techniques d'opacification aux faisceaux électroniques du microscope électronique. C'est à l'Institut Textile de France que revient le mérite des délicates mises au point pour l'application aux fibres textiles. Ainsi M. SOTTON (1970) propose des traitements successifs par l'hydrogène sulfuré sous pression et par des solutions de

...

sels d'argent qui permettent aussi bien en microscopie optique qu'en microscopie électronique de mettre en évidence la structure microporeuse par formation in situ de précipités d'$Ag_2S$. (Les photographies* montrant la porosité de fibres sont une reproduction de la publication de SOTTON). Par ailleurs MEIMOUN D. et PARISOT A. (1969), CATOIRE B., HAGEGE R., MEIMOUN D. (1969), HAGEGE R., KASSENBECK P., MEIMOUN D., PARISOT A. (1969) ont utilisé la technique d'inclusion de monomères diènes, polymérisés ensuite in situ en polyènes ce qui permet de fixer des atomes lourds (tétroxyde d'Osmium) en révélant ainsi les "vides" où le monomère a pu s'adsorber.

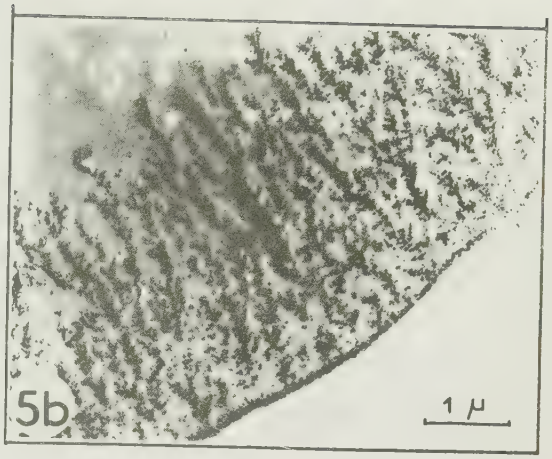
Ces procédés mis au point à l'Institut Textile de France ont aussi permis de montrer la présence de microfibrilles traversant certains "vides", certaines failles notamment, rappelant ce qu'on désigne pour les matières plastiques et les élastomères les craquelures (angl. : craze), par opposition aux fissures (angl. : crack) selon la terminologie française (WIPPLER C., 1971) pour reprendre celle de KAMBOUR (1964, 1966, 1969).

En complétant le tableau dressé par F. ROUQUEROL (1968), nous récapitulerons les domaines d'application de ces différentes méthodes.

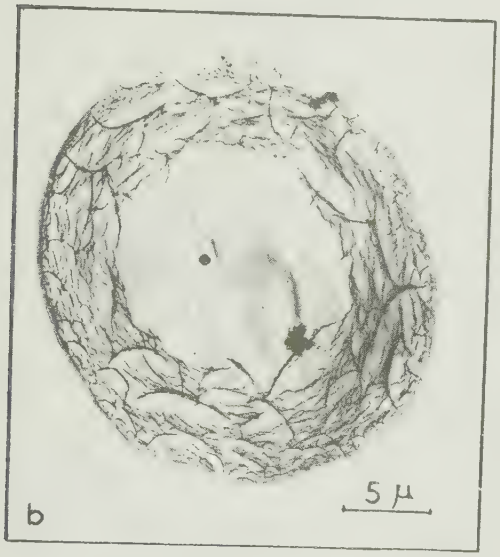


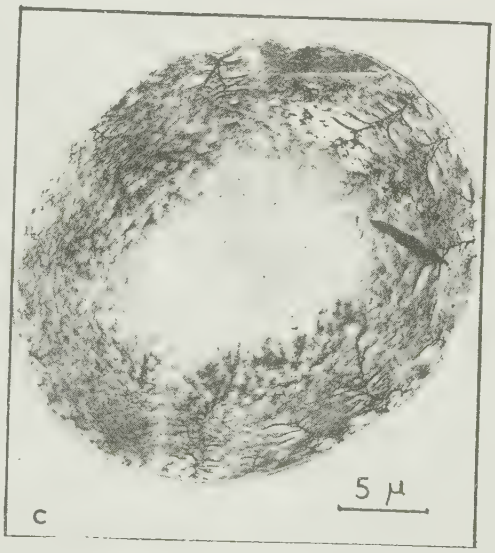

...

*

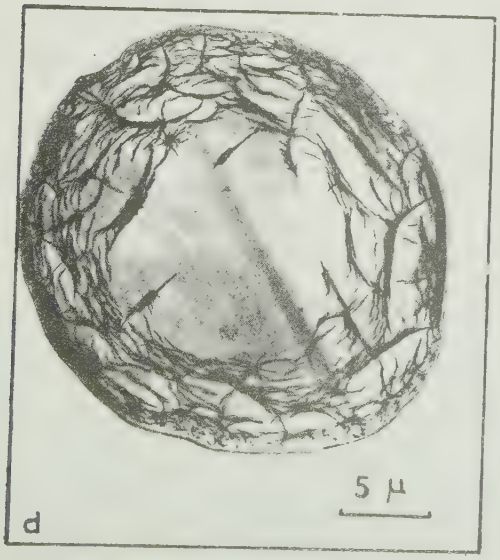


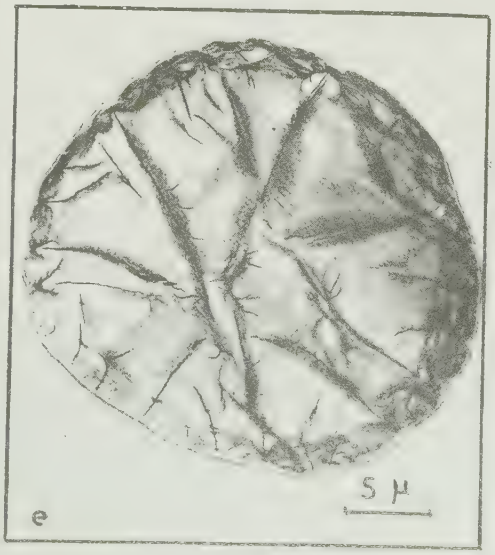

Viscose




a, b, c, d, e = Polyacrylonitrile: séchage variable.



## II - 3. "TEXTURE" DES MATIERES TEXTILES.

Si l'on fait abstraction de l'hétérogénéité "peau" et "coeur" ainsi que de sa porosité, le caractère dominant d'une matière textile est sa nature semi-cristalline, mixte donc : l'aspect "amorphe" suggère une cohésion faible d'un caoutchouc non réticulé avec un module très petit et un allongement possible énorme, et l'aspect cristallin suppose au contraire une cohésion très forte, rappelant celle des ... cristaux ou des métaux, avec un module élevé mais un allongement réduit.

En fait le module (initial) d'une fibre est d'autant plus élevé qu'elle est plus cristalline. La courbe charge - allongement d'une fibre se situe intermédiairement entre celle d'un métal et d'un caoutchouc non vulcanisé, tout en se rapprochant plutôt davantage de celle d'un métal.

Pour la comparaison, rappelons que dans le cas de cristaux, on a affaire à une structure essentiellement réticulaire, dans laquelle les liaisons sont toutes semblables ; l'existence de défauts : trous ou dislocations, apparaît dès que la taille des cristaux augmente.

Pour des métaux, on distingue des "grains", des cristaux élémentaires avec ou sans défaut, et des "joints de grains" pour des grains-cristaux orientés de manières différentes ou même pour des grains de natures ou de mailles cristallines différentes, joints de grains particulièrement favorables à l'amoncellement des dislocations et des défauts.

Pour les substances macromoléculaires semi-cristallines, que sont les matières textiles, on a affaire à un ensemble de parties avec des cohésions d'intensités différentes. Les cristallites, les fibrilles sont constitués de macromolécules orientés suivant la longueur de la fibre plutôt, de cohésion longitudinale par covalence et de cohésion latérale par liaisons secondaires, nombreuses et maximalisées par les distances interchaînes minimales.

...

Ces parties sont liées aux domaines amorphes adjacents par quelques liaisons secondaires et éventuellement par quelques molécules participant des deux domaines, par "couplages discrets, discontinus" (CHAPMAN 1969). Cette interface cristalline-amorphe correspond en quelque sorte à des dislocations, aux joints de grains des métaux. Par contre, dans les domaines amorphes les relations d'ordre-désordre dominent à côté de quelques interactions VAN DER WAALS ou hydrogène.

L'intervention du domaine amorphe dépend de la température, car les mouvements de segments macromoléculaires ont un comportement visqueux. Aussi allons-nous considérer de plus près l'incidence des conditions thermiques.

## II - 4. LES "ETATS" DES MATIERES TEXTILES.

Pour un métal on considère l'état solide, puis au-dessus d'une température de fusion nette et fixe, correspondant à une transition de premier ordre, avec une chaleur latente de fusion, le métal passe à l'état liquide. Il n'en est pas de même pour les fibres textiles : certaines d'entre elles se décomposent avant de fondre. Comme pour toutes les substances macromoléculaires on peut plus ou moins facilement distinguer une série d'états aux transitions plus ou moins franches. Il est classique de considérer les divers états suivants d'une substance macromoléculaire :

- Elle peut être dans un état rigide, "figé", vitreux et selon la température, on peut mettre en évidence et discerner de nombreuses transitions secondaires en fonction de l'augmentation des degrés de liberté : oscillations plus amples, mouvements avec modification des angles de valence, mouvements de chaînes latérales... sans toutefois atteindre la libre rotation c-c.

- Au-dessus de la température Tg de transition vitreuse (appelée aussi : "transition plastoélastique", P. DUBOIS, 1963) elle prend un état viscoélastique pour lequel les segments de macromolécules sont animés de mouvements d'oscillations et de rotation autour de leur axe, sans grand changement de l'orientation générale c'est ce qu'on a appelé le mouvement microbrownien (angl. : coiling - uncoiling process) par opposition au mouvement macrobrownien correspondant au déplacement

du centre de gravité de toute une molécule comme résultante des déplacements des segments qui la composent (KUHN W. 1934, 1939, EYRING et coll. 1941). A l'état de repos, c'est-à-dire en l'absence de toute contrainte, le mouvement microbrownien amène les molécules du polymère à l'état du plus grand désordre statistique possible ; ce mouvement contribuera à changer la forme des molécules sans intervention extérieure.

A l'état de repos, les centres de gravité des macromolécules restent en positions stables et fixes. Sous l'effet d'une contrainte, les mouvements microbrowniens et macrobrowniens seront affectés. La contrainte sera supportée par les forces de rétablissement de la structure dans l'état le plus désordonné : après suppression de la contrainte extérieure, le mouvement microbrownien sera à l'origine du retour vers une configuration analogue à la configuration initiale de désordre : c'est pourquoi on parle d'élasticité entropique.

Les mouvements macrobrowniens auront pour conséquence l'écoulement plastique de la matière, d'autant plus difficilement réversible que ce dernier est plus important.

S'il existe quelques liaisons fixes, rares, véritables réticulations, le retour vers la configuration initiale sera facilité, et si la mobilité des segments est assez grande la réponse élastique peut être quasi instantanée (ex. : fil de caoutchouc vulcanisé, c'est pourquoi on parle aussi d'élasticité caoutchoutique,) sinon l'état d'équilibre ne sera atteint qu'après un certain temps : on parlera alors d'"élasticité retardée" ou "différée."

Si l'on augmente davantage la température, on atteint la fusion, pour laquelle toutes les chaînes deviennent mobiles et peuvent glisser sous l'effet de contrainte ; cet état ne nous intéresse pas ici.

Bien que la température de transition vitreuse ne soit pas nette ,(elle dépend notamment de la vitesse de refroidissement de la substance macromoléculaire) on assimile souvent l'état vitreux à un état solide fragile.

...

En fait, l'état vitreux correspond à un figeage des mouvements moléculaires en relation avec une viscosité importante, généralement de l'ordre de $10^{11}$ poises ; plus basse est la température, plus élevée est cette viscosité et plus difficiles sont les mouvements moléculaires.

Le comportement rhéologique instantané d'une substance macromoléculaire à l'état vitreux rappelle celui d'un métal : on peut mettre en évidence un comportement hookéen avec un module élastique généralement de l'ordre de $10^{10}$ à 12 dynes/cm2 (par % d'allongement) soit $10^{4}$ à 6 daN/cm2 environ.

En passant à l'état viscoélastique, donc à une température T comprise entre Tg et Tf, le module élastique chute à $10^{6}$ - $10^{8}$ dynes/cm2, soit $10^{1}$ à 2 daN/cm2 environ. (A.J. STAVERMAN, F. SCHWARZL, 1956).

Par contre si l'on suit l'évolution du module d'élasticité instantanée en fonction de la température, on obtient la courbe classique en forme de deuxième jambage d'un n.

Et si l'on suit l'évolution du module d'élasticité en fonction du logarithme du temps t (courbes de relaxation de contrainte) on obtient une courbe de même allure. Si cette évolution du module G en fonction du temps t est suivie pour différentes températures, on obtient une famille de courbes de même allure, qui se correspondent par translation, selon le principe de l'équivalence : temps - température.

G dépend donc de ($\ell n$ t) et de (T) ; ce qui permet de définir une grandeur x en partant de G ($\ell n$ t , T) = G (x), avec x = $\ell n$ t - f (T) puisque le module décroît si la température augmente, et G (x) étant la courbe "maîtresse" ou "pilote" ou "réduite".

Tout se passe comme si, lorsque la température du matériau est augmentée d'une valeur de référence $T_r$ à une valeur T, tous les temps de réponse caractéristiques de chaque mécanisme étaient multipliés par un même facteur "a" : ceci décrit parfaitement l'effet primaire de la température qui accélère la réponse à une sollicitation. En fait, f (T)est pratiquement indépendante de la nature du corps vitreux (verres minéral, organique, polymère) et prend l'allure : f (T) = $\ell n$ a + f ($T_r$) ; on en déduit : x = $\ell n \frac{t}{a}$ - f ($T_r$), ou : x = $\ell n \frac{t}{a}$ + cste.

C'est pourquoi on appelle aussi x le "temps réduit" (reduced time).

Pour ces corps vitreux, l'allure quasi universelle de f (T) a été vérifiée par WILLIAMS, LANDEL et FERRY (1955) ayant constaté que : $\ln a = \frac{c_1 (T - Tr)}{c_2 + T - Tr}$ quelle que soit la valeur de Tr, pour autant que T et Tr soient supérieures ou égales à Tg. Pour Tr = Tg la constante $c_1$ prend pour valeur : 17,4 et $c_2$ : 51,6 ce qui donne la relation dite W.L.F.

Il faut néanmoins insister sur le fait que cette relation W.L.F. reste approximative (BUVET et ROBINET) et ne s'applique bien qu'aux corps vitreux et d'autant moins bien à une substance macromoléculaire qu'elle est plus cristalline.

Rappelons ici les travaux de MERCIER et GROENINCKX (1968). Ces auteurs ont étudié les variations thermiques des modules d'élasticité ainsi que la résistance au choc de polycarbonates de bisphénol plus ou moins cristallisés (entre 0 et 18 %), en utilisant une technique de cristallisation sous l'action de vapeurs de solvants. Ils constatent que :

- la cristallisation élargit considérablement le domaine de transition vitreuse ;

- qu'elle le déplace vers des températures plus élevées ;

- dans le cas de polymères très peu cristallisés (2,5 à 7 %) c'est principalement la zone d'écoulement qui est modifiée, et à partir de 9 % la région d'écoulement tend à disparaître ;

- le polycarbonate cristallisé perd en grande partie sa résistance au choc : les premiers cristallites seraient responsables de cette perte de qualité ;

- comme le polycarbonate ne cristallise que très difficilement, il a été assez stable pour pouvoir mettre en évidence l'équivalence des effets du temps et de la température suivant une relation W.L.F. ; mais la forme de la courbe - maîtresse est modifiée progressivement quand la cristallinité augmente.

...

Il est évident alors que si, sous l'effet de la température et d'une contrainte, il y a modification de la cristallinité, il n'y a plus correspondance entre les courbes G (T) et G (ℓn t). Ceci pourrait expliquer aussi pourquoi selon le type de sollicitation considérée, la température de transition vitreuse apparente change.

En fait le comportement viscoélastique des substances macromoléculaires relève plutôt de leurs domaines amorphes et éventuellement de l'interface cristalline-amorphe : les fibres textiles naturelles, cellulosiques notamment (coton, lin, ramie) ayant une très forte teneur en parties cristallines (80 à 95 %) auront un comportement viscoélastique très restreint par rapport à celui des fibres dont les taux de cristallinité et d'orientation sont beaucoup plus faibles.

C'est pourquoi aussi, certains chercheurs textiles (BROWN, 1955 ; PRESS, 1957) ont été tentés d'assimiler la température de transition vitreuse à une température de "fusion du domaine amorphe", voulant exprimer par là, que les chaînes macromoléculaires, dans ce domaine, prennent un comportement visqueux, en fait : viscoélastique. Ce comportement serait la conséquence du relâchement suffisant au-delà de Tg des liaisons dans le domaine amorphe pour permettre un mouvement microbrownien et macrobrownien.

Selon les vues classiques sur les liquides, un liquide présente un ordre à petite distance et un désordre à grande distance : le mode d'environnement d'un élément par des éléments placés en son voisinage immédiat caractérise la structure du liquide, mais avec un arrangement imparfait, avec des lacunes d'autant plus nombreuses que la température est plus élevée. Dans un verre, il existe cette même structure de désordre mais le désordre n'existe que dans l'espace, il reste pratiquement fixe dans le temps (dans un intervalle de temps "raisonnable" à l'échelle humaine), tandis que dans le liquide, le désordre est à la fois dans le temps et dans l'espace. Le désordre dans le temps n'est autre que l'autodiffusion du liquide dûe à l'existence des lacunes : elle n'est cependant possible qu'autant que l'énergie thermique des molécules (ou des tronçons de molécules pour les polymères) permet à ces éléments de structure de franchir les "barrières de potentiels" qui séparent la position d'équilibre qu'ils occupent d'une autre position d'équilibre. Le nombre de "sauts" par unité de temps est fonction du nombre de lacunes, de la hauteur des barrières de potentiels et de la température suivant la formule générale ARRHENIUS, ce qui est à la base des "Rate Processes" d'EYRING et coll. (1941).

L'état vitreux correspond à un figeage de cette auto-diffusion par suite du défaut d'énergie suffisante pour franchir les barrières de potentiel (voir par exemple : MATHIEU, 1958). Celles-ci correspondent aux liaisons qui peuvent exister de place en place au sein du domaine amorphe,notamment dans le cas de fibres textiles ; ces liaisons peuvent être de plusieurs sortes : interactions : Van der Waals, Hydrogène et électrique ("ponts salins"), covalence (par exemple : "pontage" cystinique dans la laine). C'est pourquoi on peut s'attendre à une certaine distribution de barrières de potentiel et par suite à un étalement du Tg. De même, l'addition d'un agent susceptible de modifier les interactions Van der Waals et Hydrogène (ce qu'on a appelé "rupteur de liaison Hydrogène" par exemple) aura également un effet sur les valeurs des barrières de potentiel et par suite sur le Tg.

Il est bien connu que l'addition de "plastifiant" abaisse le Tg ; (il est classique d'expliquer cette action par l'effet sur le volume libre, qui est une autre façon d'aborder le problème et sur lequel nous n'insisterons pas ici). Ainsi, l'eau, qui a un certain effet "rupteur de liaison Hydrogène", joue le rôle d'un plastifiant.

Or les fibres hygroscopiques ont des teneurs en eau différentes selon leur état d'équilibre hygrométrique : elles sont donc sensibles à l'atmosphère qui les environne et leur comportement dépendra dans une forte mesure de leur teneur en humidité. C'est pourquoi les caractérisations rhéologiques (et de fatigue) n'ont de sens que si elles sont effectuées dans une atmosphère maintenue constante en température et surtout en humidité ; pour les fibres d'origine naturelle ou artificielle,particulièrement hygroscopiques qui, en conditions dites "normales" (20°C, 65 % d'H.R.),fixent plus de 10 % d'eau, il n'est pas indifférent de considérer le (quasi)-équilibre de désorption ou le (quasi)-équilibre d'adsorption (voir Annexe A1), car la teneur en eau d'un cas à l'autre peut varier de plus de 1 % (dans les conditions normales), avec un effet non négligeable sur leurs propriétés physiques.

C'est pourquoi pour définir l'état d'une matière textile, il faut connaître non seulement sa température, mais également sa teneur en eau, et la façon d'arriver au (quasi)-équilibre de "sorption". C'est aussi la raison pour laquelle les essais mécaniques sur matières textiles sont effectués en atmosphère conditionnée, et l'on a normalisé un "climat" de 20°C avec 65 % d'H.R.

## II - 5. CONCLUSIONS.

En résumé, une matière textile est une substance macromoléculaire en filaments fins, quelque peu microporeuse. Elle se caractérise par une orientation préférentielle des macromolécules dans le sens longitudinal, du moins pour la majeure part de sa masse, et par une orientation plutôt radiale en périphérie sur une relativement faible épaisseur.

Dans sa masse (centrale), les macromolécules sont en partie associées en fibrilles, en lamelles, se comportant aux rayons X comme des cristaux, et qu'on appelle aussi de ce fait "cristallites". Entre ces parties bien ordonnées, se trouvent des domaines moins organisés, dits "amorphes".

Les interfaces "cristallites-amorphes" correspondent à des couplages discrets, discontinus, comprenant éventuellement des chaînes participant des deux types de domaine.

En utilisation courante, les matières textiles se trouvent dans un état mixte "cristallin-vitreux" dont le comportement est aussi régi par la teneur en plastifiant, comme l'eau, et éventuellement par l'évolution de leur "taux de cristallinité" sous sollicitation.

Dans le chapitre suivant, nous nous proposons d'étudier l'évolution de la structure en fonction d'une sollicitation rhéologique simple.

---

# III - STRUCTURE ET RHEOLOGIE

## III - 1. AVANT-PROPOS.

Le comportement d'une fibre soumise à une contrainte mécanique dépend de l'histoire de l'application de la contrainte ; on peut y distinguer deux phases essentielles :

a) la mise sous contrainte, c'est-à-dire en pratique, appliquer une charge (une sollicitation) progressivement jusqu'à obtention de la contrainte finale ;

b) le maintien sous contrainte fixe, ou plus exactement sous charge fixe.

Si la contrainte finale dépasse ce que peut supporter le matériau, c'est la rupture : ce cas concerne déjà un cas particulier de fatigue.

Le maintien sous charge fixe, (choisie de manière à ne pas rompre immédiatement l'éprouvette) correspond à un autre cas particulier de fatigue, qu'on appelle : "fatigue statique".

Nous réserverons l'étude de ces deux cas de fatigue pour le chapitre suivant, et n'aborderons ici que la première phase (a), en précisant donc que la contrainte finale ne provoque pas de rupture immédiate de la fibre.

De plus, son caractère mixte "cristallin-amorphe" nous suggère de considérer d'abord le cas de corps cristallins comme référence.

## III - 2. CAS DU CRISTAL.

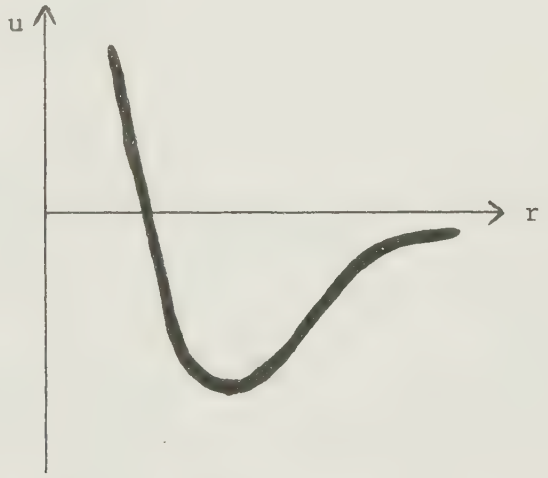
Le problème est très complexe. Un cristal est composé de molécules, d'atomes ou d'ions en grand nombre. Les théories actuelles concernant les forces intermoléculaires n'expliquent que les interactions entre quelques molécules simples.

On définit (BUCKINGHAM, 1970) une molécule comme un groupe d'atomes (ou un atome unique) par son énergie de liaison très grande par rapport à l'énergie d'agitation thermique (égale à 1/2 kT par degré de liberté). De ce fait, il peut se créer des interactions entre la molécule et son environnement sans qu'elle

...

perde son identité. La force f intervenant dans l'interaction entre deux molécules monoatomiques peut être définie par : $f = -\frac{\partial u}{\partial r}$ , où "u" est l'énergie potentielle et r le vecteur internucléaire. Si l'on a affaire à des molécules polyatomiques, il faut également tenir compte de la vibration et de la rotation des noyaux. L'énergie d'interaction est généralement petite par rapport aux énergies électroniques et vibrationnelles, mais elle peut être grande par rapport à la différence de niveaux de rotation.

En fait, l'évaluation de l'énergie est à faire en fonction de la position relative et de l'orientation des molécules ; pour simplifier l'approche, on considère une énergie globale et il est classique de représenter u, énergie potentielle identifiée à l'énergie d'interaction, en fonction de la distance r (fig. 1) ;




la forme de cette courbe résulte des effets à court et à long rayons d'action, effets qui varient avec $r^{-n}$ ou avec $e^{-ar}$ des différentes contributions électrostatique, magnétique, d'induction (ou de polarisation), de dispersion, de"résonance", et de recouvrement. Chacune de ces contributions pouvant se manifester par une attraction (u "négatif", c'est-à-dire : $\frac{\partial u}{\partial r}$ positif) ou une répulsion ($\frac{\partial u}{\partial r}$ négatif), avec un effet additif ou non additif.

De ce fait, il est illusoire de vouloir donner une expression exacte simple tenant compte de tous ces effets et notamment dans le cas de cristaux.

Pour l'objet de nos considérations, nous adopterons donc une vue schématique, globale, qualitative et classique.

Supposons un cristal formé de molécules monoatomiques d'une seule espèce ;

si l'on sectionne le cristal en deux parties, on peut exprimer l'énergie potentielle du système constitué par les deux moitiés du cristal en fonction de la distance r qui sépare ces deux moitiés (figure 2).

La distance $r_o$ correspond à celle qui existait entre les deux moitiés avant séparation. Si l'on voulait réduire cette distance, les forces de répulsion prévaudraient, ce qui se traduit par l'allure de la courbe d'énergie potentielle (2a) dans son premier tronçon ; la distance $r_o$, correspond à une position d'équilibre.

Si nous augmentons la distance, la force extérieure nécessaire pour cette séparation va croître jusqu'au moment où, à la distance : r", elle prend sa valeur maximale pour diminuer rapidement ; cette force maximale peut être assimilée à la résistance à la traction, et la distance : $(r'' - r_o)$, rapportée à $r_o$ : $\frac{r'' - r_o}{r_o} \times 100$ (pour l'exprimer classiquement en centièmes) correspond à l'allongement à la rupture.

Tant que l'allongement imposé par la force extérieure reste inférieur à $(\frac{r'' - r_o}{r_o} \times 100)$, si l'on supprime l'action de la force extérieure, les forces d'attraction, de cohésion ramèneront la distance à $r_o$. On parle dans ce cas d'élasticité de cohésion.

Elle serait à l'origine de la déformation hookéenne, pour laquelle la force extérieure est proportionnelle au déplacement, et cela de façon "immédiatement" réversible, bien que d'après la courbe fig. 2b, la force ne soit pas rigoureusement proportionnelle à r.

Quand l'allongement élastique est dépassé, on a affaire à une déformation plastique, irréversible cette fois, et qui est le résultat d'un glissement qui s'opère dans des plans bien définis, parallèles à un plan réticulaire dit : "plan de glissement" suivant la "direction de glissement"; le glissement commence quand la composante des efforts tranchants le long de la direction de glissement atteint une valeur critique : le "seuil de plasticité" qu'on a appelé parfois "constante de Schmidt". Ces seuils de plasticité pour des éprouvettes métalliques, sont en général beaucoup plus faibles que la limite calculée à partir des données, par exemple, de chaleur de sublimation ou de compressibilité hydrostatique, qui estiment globalement les énergies d'interaction ou de liaison. Cette faiblesse relative des matériaux est imputée aux dislocations : ce sont des défauts localisés,

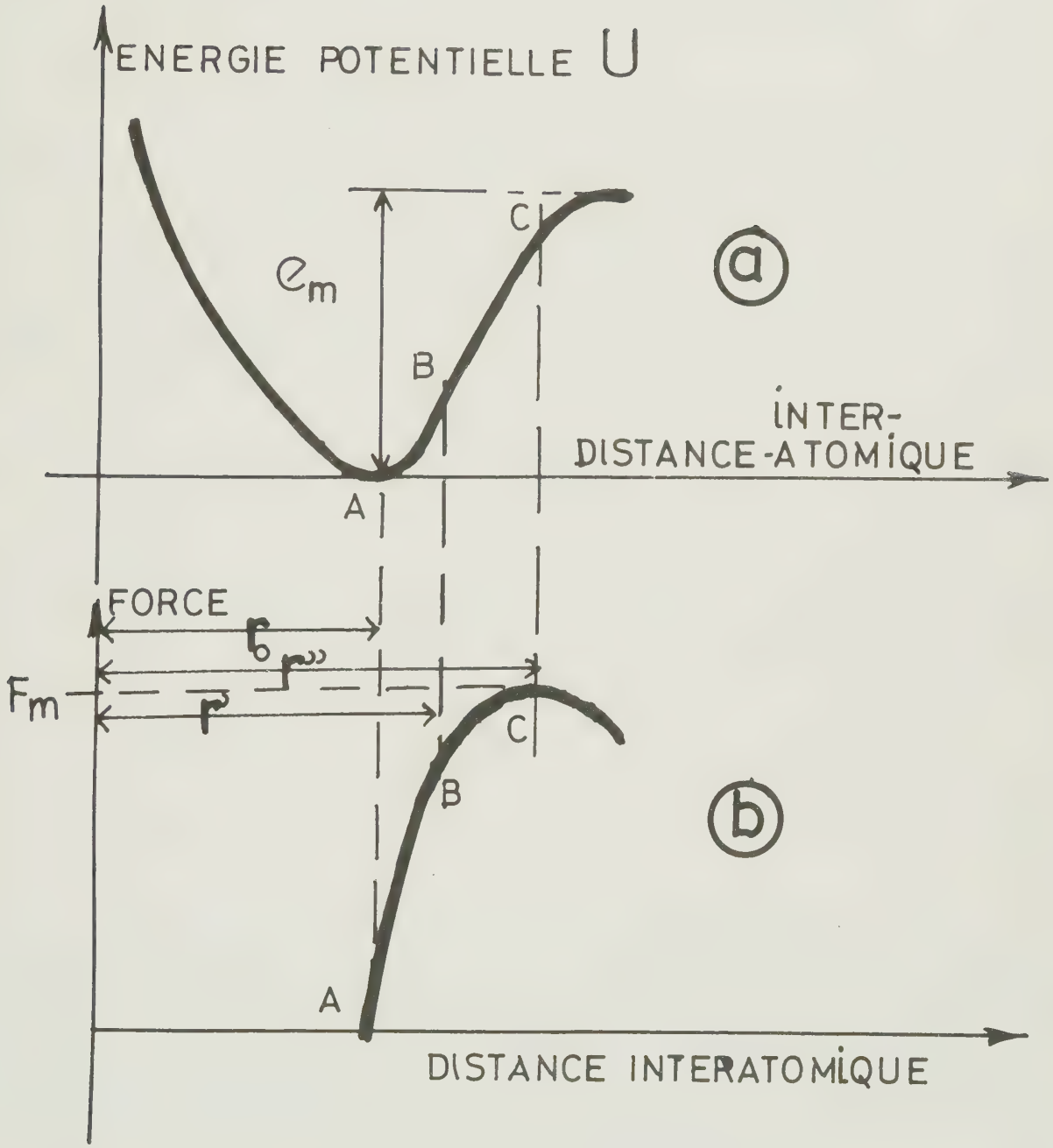

ENERGIE POTENTIELLE U
$e_m$
C
B
A
a
INTER-
DISTANCE-ATOMIQUE
FORCE
$f_b$
$f''$
$F_m$
$f'$
C
B
A
b
DISTANCE INTERATOMIQUE

Fig. 2

sur des rangées de réseau : sous l'effort, ces défauts se déplacent et le glissement serait alors le résultat du balayage du plan de glissement par une ligne de dislocation, ce balayage se ferait par "bonds", l'effort à fournir étant celui qui est nécessaire au déplacement suivant un bond : on explique ainsi que cet effort soit notoirement moindre que celui qui nécessiterait le déplacement en bloc de tout un plan sur son voisin. Dans un cristal, le mouvement d'une dislocation serait déterminé par une contrainte et une température : aussi, en dessous de la température de fusion il y a une température de recristallisation, pour laquelle les irrégularités qui existent, par exemple aux joints des grains à orientations différentes, se déplacent à travers le matériau ; MATHIEU (1959) pense qu'"*il y a une température $T_D$ définie - probablement plus basse que la température de recristallisation - pour laquelle une ligne de dislocation est capable d'un déplacement libre d'un côté ou de l'autre dans le plan de glissement qui la contient : au-dessus de cette température $T_D$, la moindre contrainte de cisaillement amorcera le déplacement de la ligne de dislocation... Pour une température T inférieure à $T_D$, le déplacement ne se fera que si la contrainte atteint une valeur finie : c'est cette contrainte qui est le seuil de plasticité pour la température T*".

En résumé, dans un corps cristallin, l'élasticité hookéenne serait imputable aux forces de cohésion, et la déformation plastique à un glissement qui est le résultat d'un balayage du plan de glissement par une ligne de dislocations :

Quand on reste dans le domaine de l'élasticité parfaite, les atomes n'échappent pas de leur position d'équilibre. Dans la déformation élastique faisant intervenir la seule cohésion du matériau, l'énergie déployée est absorbée par les atomes en modifiant leur énergie interne (fig. 2a : U f (r) "remonte"). A cette modification correspond une augmentation de volume ; en supprimant l'effort, l'énergie qui avait été déployée par l'effort est restaurée intégralement.

III - 3. CAS DE L'ELASTOMERE.

Au repos, l'élastomère se révèle par diffraction aux rayons X, comme amorphe. Pourtant comme son nom l'indique, il est "hautement élastique", c'est-à-dire que la déformation importante (plusieurs centaines de %) est (pratiquement) immédiatement réversible si l'on supprime l'effort nécessaire à son allongement. Son élasticité n'est donc pas de "cohésion", mais d'origine entropique.

...

Le type même de l'élasticité entropique est le gaz parfait : son élasticité se traduit par la loi de Mariotte : pV = cste, et pour la température T, cette constante est RT.

Par définition, pour le gaz parfait, les interactions entre éléments cinétiques sont nulles ou du moins négligeables, et il n'y a aucune force de cohésion entre les différentes particules.

La pression de ce gaz est essentiellement dûe aux chocs des molécules contre les parois ; l'élasticité se manifeste le plus simplement par une détente à température constante. Le travail fourni à l'extérieur est :

$$W = \int_{V_A}^{V_B} p \, d V = \int_{V_A}^{V_B} \frac{RT \, dV}{V} = RT \ln \frac{V_B}{V_A} \qquad \text{(Re1.1)}$$

Comme le travail de détente se fait à température constante, l'énergie interne U - qui ne dépend que de la température, selon la loi de Joule - ne varie pas. Par conséquent toute la chaleur : $\Delta Q$ fournie par le thermostat pour maintenir la température constante pendant la détente, est égale à W. Il vient :

$$\frac{\Delta Q}{T} = R \, (\ln V_B - \ln V_A) = \Delta S \qquad \text{(Re1.2)}$$

La variation de volume correspond donc uniquement à une variation de l'entropie ; en d'autres termes, l'entropie augmente avec l'augmentation de volume : le mécanisme de l'élasticité du gaz parfait est donc dans le principe qu'un système tend toujours à accroître son entropie, à augmenter son état de désordre, pour adopter la configuration la plus probable. Dans le cas du gaz parfait, l'effet du travail de compression sera de réduire l'entropie du gaz, c'est-à-dire de le faire passer d'un état à un état de moindre probabilité ; du fait de l'élasticité entropique, il tendra à reprendre son état le plus probable à la température T.

Ce principe de l'entropie est général.

Pour obtenir l'élasticité entropique d'un solide macromoléculaire, il faut assurer la possibilité de désordre, donc avec des forces d'interaction moléculaires réduites ; pour éviter le glissement indéfini correspondant alors à un

écoulement irréversible, il est nécessaire de relier solidement, de place en place, les macromolécules, en constituant un réseau tridimensionnel à très grandes mailles par rapport à un segment C-C. Ces considérations ont été la base des travaux de MEYER et de son école, (1932, 1935), de KUHN (1934, 1936) qui ont amorcé le développement des théories thermodynamiques de l'élasticité caoutchoutique dont nous rappellerons l'essentiel.

Pour effectuer une déformation dans un élastomère il faut effectuer une quantité de travail dW. Si cette déformation est réversible, récupérable, ce travail correspond à une modification de l'énergie interne du matériau et qui regroupe les échanges de chaleur dQ accompagnant la déformation et le travail mécanique dW de celle-ci : $dU = dQ + dW$.

On suppose une déformation faible, ou suffisamment progressive pour que le processus puisse être considéré comme réversible : $dU = TdS + dW$.

Pour un élastomère, on vérifie que le coefficient de Poisson est de l'ordre de 0,49 à 0,5 ; par conséquent, le volume reste inchangé, et l'on considère l'énergie libre d'HELMHOLZ : $F = U - TS$.

Quand l'extension est effectuée, à l'équilibre,

$$dW = dF = dU - TdS - SdT$$

et comme on travaille à température constante,

$$dW = dU - TdS = dF.$$

Si une force f produit selon un tel processus isotherme et réversible, une variation de longueur dl sans changement de volume : $dW = fdl$ et il en résulte :

$$f = \left(\frac{\partial F}{\partial l}\right)_{T,V} = \left(\frac{\partial U}{\partial l}\right)_{T,V} - T\left(\frac{\partial S}{\partial l}\right)_{T,V} \qquad \text{(Rel.3)}$$

Deux causes de natures différentes sont à l'origine de la force :
- d'une part, celle en relation avec l'énergie interne liée à la modification de distances entre certains atomes se déplaçant dans le champ de leurs propres forces mutuelles d'interaction (donc en relation avec l'élasticité de cohésion),
- d'autre part, celle en rapport avec l'entropie, avec le niveau d'ordre au sein du matériau (donc en relation avec l'élasticité entropique), soit : $f = f_u + f_s$.

Si la variation d'énergie libre dF peut être en première approximation considérée comme dépendant uniquement de la variation de longueur dl et de la température :

...

$$dF = \left(\frac{\partial F}{\partial \ell}\right)_T d\ell + \left(\frac{\partial F}{\partial T}\right)_\ell dT \qquad \text{(Rel.4)}$$

L'égalisation des dérivées partielles secondes croisées de $F(\ell, T)$ conduit à :

$$\left[\frac{\partial}{\partial \ell}\left(\frac{\partial F}{\partial T}\right)_\ell\right]_{T,V} = \left(\frac{\partial S}{\partial \ell}\right)_{T,V} = -\left(\frac{\partial f}{\partial T}\right)_{\ell,V} = \left[\frac{\partial}{\partial T}\left(\frac{\partial F}{\partial \ell}\right)_T\right]_{\ell,V} \qquad \text{(Rel.5)}$$

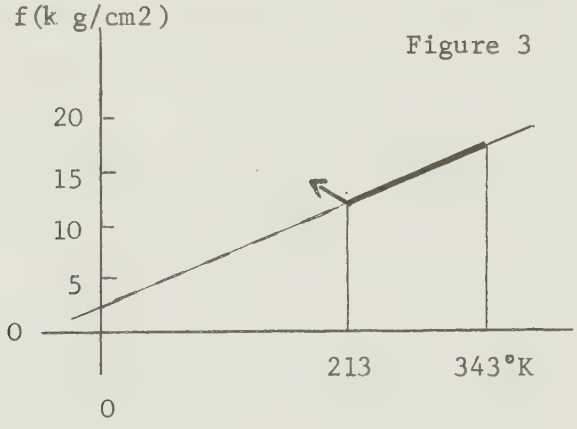
Ceci signifie que la quantité $\left(\frac{\partial S}{\partial \ell}\right)$ peut être déterminée par l'étude de la variation de la force nécessaire pour maintenir l'éprouvette à longueur constante, en fonction de la température.

La variation de l'énergie interne en fonction de l'extension sera donnée par différence (de : Rel. 3 et Rel. 5) :

$$\left(\frac{\partial U}{\partial \ell}\right)_{T,V} = f - T\left(\frac{\partial f}{\partial T}\right)_{\ell,V} \qquad \text{(Rel.6)}$$

En portant donc la force f pour maintenir la longueur constante (allongement de 350 %) à différentes températures (213°K à 343°K), MEYER et FERRI (1935) ont obtenu une droite pour une éprouvette de caoutchouc vulcanisé à 8 % de soufre et ont constaté que : (en assimilant $\left(\frac{\partial F}{\partial T}\right)_{\ell,P}$ à $\left(\frac{\partial F}{\partial T}\right)_{\ell,V}$ peu différents).

Figure 3




(d'après MEYER et FERRI)

- f croît avec T

- puisqu'ils obtinrent une droite, c'est que : $\left(\frac{\partial f}{\partial T}\right)_{\ell,P} = \Theta$ et que par conséquent, (de : Rel.5) : $\left(\frac{\partial S}{\partial \ell}\right)_{T,V} = \Theta$ ; ce qui signifie que les variations d'énergie interne et les variations d'entropie avec l'allongement sont indépendantes de la température

- l'extrapolation à T = 0°K, fournit une ordonnée à l'origine voisine de zéro, ce qui signifie que la contribution due à la variation de l'énergie interne

...

avec l'élongation est très faible vis à vis de celle correspondant à l'effet de la variation d'entropie.

Il en résulte donc, dans ces conditions que :

$$f \simeq T \left(\frac{\partial f}{\partial T}\right)_{\ell} = - T \left(\frac{\partial S}{\partial \ell}\right)_{T} \qquad \text{(Rel.7)}$$

Ces résultats appellent un certain nombre de remarques :

a) A l'élasticité d'origine entropique correspond un module de $10^3$ à $10^5$ plus faible que celui correspondant à l'élasticité de cohésion d'un cristal.

b) La déformation réversible, correspondant à l'élasticité entropique est de l'ordre de $10^3$ plus grande que celle correspondant à l'élasticité de cohésion d'un cristal.

c) Il a été admis qu'il n'y avait pas de variation de volume ; en fait, il faut tenir compte d'une dilatation comme effet de la température : c'est pourquoi au lieu d'une longueur constante, il est préférable de considérer un rapport d'extension $\lambda_{T_i} = (L/L_o)_{T_i}$ aux différentes températures $T_i$ : à ce moment, "l'inversion thermoélastique", observée pour de faibles allongements n'existe plus ; en relation avec la variation de volume il faudrait tenir compte de l'effet d'une pression hydrostatique P : PdV qui, pour les élastomères est de $10^{-3}$ à $10^{-4}$ fois fdl.

d) Enfin il faut également tenir compte de la cristallisation par étirement (qui commence pour le caoutchouc à partir de 300 % d'allongement) et qui impose l'introduction du facteur : chaleur de recristallisation.

Ces développements sur lesquels nous n'insisterons pas ici, ont déjà été abordés par TREOLAR (1958), dans sa revue magistrale sur l'élasticité caoutchoutique, et complétés par TOBOLSKY (1960), BUECHE (1962), FLORY (1963).

Notre préoccupation de rattacher le comportement d'élasticité entropique à la structure nous conduit à dégager quelques résultats saillants :

Le développement d'une théorie macromoléculaire de la haute élasticité caoutchoutique doit reposer principalement sur le calcul de l'entropie du matériau. Cette évaluation est effectuée sur des modèles supposés analogues aux vulcanisats, et en procédant suivant deux étapes :

- l'établissement d'une statistique de la chaîne macromoléculaire considérée comme isolée de toute interaction avec d'autres chaines, puis

- celui d'une statistique étendue à l'ensemble du réseau.

...

Le calcul proposé par FLORY (1953) fondé sur la condition de l'exclusion d'occupation simultanée (par deux éléments de chaîne) d'un même volume d'espace donne, comme moyenne quadratique des distances entre extrémités de chaîne ("rayon de gyration" dans le cas de solution) :

$$\overline{r^2} = 2\, n^{\gamma}\, \ell^2 \qquad \text{(Rel. 8)}$$

où n est le degré de polymérisation (D.P.) et $\gamma$ un paramètre de valeur comprise entre 1 et 1,3 dépendant des conditions d'exclusion mutuelle d'occupation entre chaînons.

Si l'on tient compte (voir par exemple : TOBOLSKY, 1960) de la probabilité thermodynamique pour que les extrémités soient à une distance comprise entre r et r + dr, selon une distribution gaussienne, on arrive à : $r = \ell_i \sqrt{\frac{2}{3} n}$ où $\ell_i$ = longueur du motif de base.

Schématiquement cela signifie que la longueur la plus probable de la chaîne la moins ordonnée est proportionnelle à $\sqrt{n}$.

Si l'on tient compte maintenant des pontages, on admet d'abord qu'en dépit de l'agitation thermique moléculaire,- le réseau étant déformé ou non - les "ponts" restent relativement immobiles une fois l'équilibre statistique atteint, et ne s'écartent pas hors des limites d'un petit élément de volume $\Delta v$, de grandeur indépendante de l'état de déformation. On suppose ensuite, pour relier la déformation du réseau (à l'échelle moléculaire) à la déformation macroscopique, que chacun des ponts se déplace en moyenne comme s'il était solidaire d'un continuum élastique.

On distingue en outre deux types de ponts, respectivement situés l'un à l'intérieur d'un échantillon et l'autre à la surface, en astreignant celui-ci à rester à la surface au cours de la déformation.

D'après ces hypothèses, on calcule l'entropie d'un élément de volume d'un élastomère au repos et à l'état déformé (de façon homogène).

Si $\lambda_1$, $\lambda_2$, $\lambda_3$ sont les rapports d'extension selon les 3 axes principaux orthogonaux de l'ellipsoïde des déformations dont l'origine commune est au centre d'un tel élément de volume, on obtient :

$$\Delta S = -\frac{Nk}{2} (\lambda_1^2 + \lambda_2^2 + \lambda_3^2 - 3) \qquad \text{(Rel. 9}$$

où N est le nombre total de segments (entre ponts) et k la constante de Boltzmann.

Puisque la variation d'énergie interne provient de la contribution des interactions à grand rayon d'action et par conséquent n'intervient que de façon négligeable dans la constitution de l'énergie de déformation $\Delta W$, celle-ci devient :

$$\Delta W = - T\Delta S = \frac{NkT}{2} (\lambda_1^2 + \lambda_2^2 + \lambda_3^2 - 3) \qquad \text{(Rel. 10)}$$

On démontre (voir par exemple : P. MEARES, 1965) qu'en réalité cette expression doit être :

$$\frac{\partial(\Delta W)}{\partial \lambda} = f = NkT \frac{\overline{r_i^2}}{\overline{r_0^2}} (\lambda - \frac{1}{\lambda^2}) \qquad \text{(Rel. 11)}$$

Si $\lambda$ est le rapport d'extension dans la direction de la traction (avec $\lambda_1 \lambda_2 \lambda_3 = 1$ ; volume constant) et si $\overline{r_0^2}$ représente la moyenne quadratique des écarts d'un ensemble de chaînes identiques aux segments du réseau, mais réellement libres.

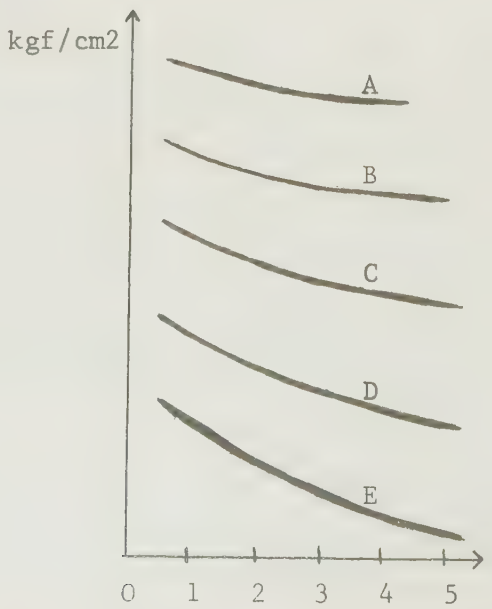
Pour de petites déformations, les tensions normales $f_i$ sont proportionnelles à $\lambda_1$ ; NkT régirait donc le module d'élasticité G des chaînes

$$G = a \cdot NkT \qquad \text{(Rel. 12)}$$

En fait, l'expérience confirme que le module d'élasticité des élastomères augmente avec la température.

De même comme l'ont montré les résultats de THIRION et CHASSET (1967), voir figure 4, selon lesquels plus un élastomère est rétifié (plus il est vulcanisé) plus le module sécant apparent (force unitaire en kgf/cm2 pour 50 % d'allongement après 1 s) augmente.

Figure 4




Degrés de rétification diminuant de A à E (d'après THIRION et CHASSET)

A11 50 % 30°C
log (temps en s)

...

Il est vrai que l'élasticité n'est pas parfaite, c'est-à-dire immédiatement réversible : l'existence d'une relaxation - que veulent montrer ces auteurs - le démontre ; on constate que la relaxation est d'autant plus faible que l'élastomère est plus réticulé.

Mais il n'y a pas correspondance quantitative entre la théorie et l'expérience, parce que la théorie en fait ne tient pas compte de la topologie des réseaux, des possibilités limitées de déploiement. Pour expliquer cette divergence, on a invoqué l'effet d'enchevêtrements qui solidariseraient les segments en certains points en supplément des points de pontage. D'autres auteurs ont introduit des statistiques de configuration non gaussienne (THIRION et CHASSET, 1967a). Enfin, certains chercheurs notamment de l'école russe, ont admis une certaine organisation locale de la configuration des chaînes macromoléculaires, qui selon la théorie statistique classique serait complètement désordonnée (voir par ex. : VOLKENSTEIN et coll. 1959 ; PRINS et coll. 1969) en ouvrant la voie vers un nouveau point de vue sur l'élasticité caoutchoutique, qui tient compte d'interactions plutôt inhérentes à l'état liquide.

Ceci vient en appui du concept de BROWN (1955) selon lequel le Tg est assimilable à un point de fusion du "domaine amorphe", et qu'un élastomère ne présente sa haute élasticité caoutchoutique qu'à une température nettement supérieure à son Tg (par exemple : le polyisobutylène a un Tg à -70°C et on étudie ses propriétés élastiques à des températures de 30 à 100°C supérieures à son Tg).

Ainsi GUTH (1970) estime que l'énergie libre d'un élastomère amorphe et légèrement ponté, comprend deux termes indépendants :

$$F = F_{liq}\,(V,T) + F_{net}\,(L,V,T)$$

où : $F_{net}$ est la contribution du réseau (network) qui dépend de l'allongement L, du volume V et de la température T ; et $F_{liq}$ est la contribution intermoléculaire très analogue à celle qui existe dans un liquide et qui est indépendante de l'allongement.

Néanmoins, malgré les travaux nombreux et intenses, poursuivis jusqu'à ce jour sur l'élasticité caoutchoutique, la correspondance entre les prévisions théoriques et l'expérience n'est pas parfaite et totale, bien que les allures de comportements rhéologiques soient prévues de manière satisfaisante.

...

Ainsi, par rapport à l'élasticité de cohésion, l'élasticité caoutchoutique se distingue par son effet, quand on élève la température de l'éprouvette, le module augmente ce qui se traduit : expérimentalement :

- pour maintenir un élastomère à longueur d'extension constante, la force nécessaire doit croître
- réciproquement, si on maintient la force constante, la longueur diminue.

Par ailleurs, si on étire brutalement un élastomère, il s'échauffe. Enfin, l'élasticité entropique se manifeste à volume constant. Tous ces comportements sont à l'inverse de ce qui se passe pour un métal par exemple où l'on a essentiellement affaire à l'élasticité de cohésion.

Que se passe-t-il pour un corps qui possède à la fois les caractères cristallin et amorphe caoutchoutique, donc à T > Tg ?

## III - 4. CAS MIXTE : CARACTERES CRISTALLIN ET AMORPHE CAOUTCHOUTIQUE.

Dans le cas de l'élasticité caoutchoutique "pure", ou plutôt : "idéalisée", on n'a affaire qu'à un effet entropique et, la force de haute élasticité caoutchoutique a été définie par la seule

$$f_s = f = -T \left(\frac{\partial S}{\partial \ell}\right)_{T,V} \text{, car } f_u = \left(\frac{\partial U}{\partial \ell}\right)_{T,V}$$

d'après les expériences de MEYER et FERRI (voir fig. 3), était considéré comme nul.

En réalité, un élastomère réel, présente un $f_u$ non négligeable, et dès 1942 ANTHONY, CASTON et GUTH avaient mis en évidence, que pour des allongements compris entre 0 et 350 % $f_u$ était à peu près constant, tandis que $f_s$ augmentait beaucoup :

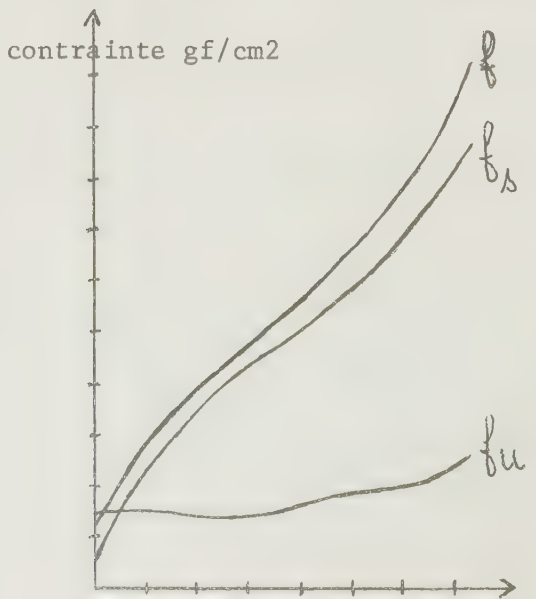



Figure 5

...

Les développements de la théorie de la haute élasticité caoutchoutique que nous avons signalés à la fin du chapitre III - 3., nous montre également qu'il faut envisager même un caractère cristallin évolutif (PRINS , 1969).

La contribution de l'élasticité de cohésion, se manifeste par le changement de volume dans l'épreuve de traction. Dès 1946 GEE a fait la distinction entre extension à pression constante et à volume constant. En 1961 FLORY a précisé les concepts par un développement plus rigoureux. Rappelons le développement de GEE (1946). On a, en tenant compte de l'énergie libre de GIBBS :

$$\left(\frac{\partial G}{\partial \ell}\right)_{P,T} = \left(\frac{\partial H}{\partial \ell}\right)_{P,T} - T \left(\frac{\partial S}{\partial \ell}\right)_{P,T} \qquad \text{(Rel. 13)}$$

De (Rel. 5) : il vient :

$$\left(\frac{\partial H}{\partial \ell}\right)_{P,T} = \left(\frac{\partial G}{\partial \ell}\right)_{P,T} - T \left(\frac{\partial f}{\partial T}\right)_{P,\ell}$$

Par ailleurs, du point de vue exploitation des résultats il est préférable de considérer $\left(\frac{\partial f}{\partial T}\right)_{P,\lambda}$ et comme :

$$df = \frac{\partial f}{\partial \ell} d\ell + \frac{\partial f}{\partial T} dT$$

il vient :

$$\left(\frac{\partial f}{\partial T}\right)_{P,\lambda} = \left(\frac{\partial f}{\partial \ell}\right)_{P,T} \left(\frac{\partial \ell}{\partial T}\right)_{P,\lambda} + \left(\frac{\partial f}{\partial T}\right)_{P,\ell} \qquad \text{(Rel. 14)}$$

De plus, de $\ell = \lambda \ell_o \left(1 + \beta[T - T^{(o)}]\right) = \ell(\lambda,T)$ avec $\beta$ coefficient de dilatation thermique linéaire, on tire

$$\left(\frac{\partial \ell}{\partial T}\right)_{P,\lambda} = \lambda \ell_o \beta \text{ , ce qui donne :}$$

$$\left(\frac{\partial H}{\partial \ell}\right)_{T,P} = f - T \left(\frac{\partial f}{\partial T}\right)_{P,\lambda} + \beta \ell \left(\frac{\partial f}{\partial \ell}\right)_{P,T}$$

d'où :

$$f = \left(\frac{\partial H}{\partial \ell}\right)_{T,P} + T \left(\frac{\partial f}{\partial T}\right)_{P,\lambda} - \beta \ell \left(\frac{\partial f}{\partial \ell}\right)_{P,T} \qquad \text{(Rel. 15)}$$

FLORY (1961) reprend le développement rigoureusement, pour mettre bien en évidence la relation entre les conditions en volume et à pression constants. Considérant f comme une fonction de T et P, il vient :

$$\left(\frac{\partial f}{\partial T}\right)_{\ell} = \left(\frac{\partial f}{\partial T}\right)_{\ell,P} + \left(\frac{\partial f}{\partial P}\right)_{\ell,T} \left(\frac{\partial P}{\partial T}\right)_{\ell} \qquad \text{(Rel. 16)}$$

à volume constant :

$$\left(\frac{\partial f}{\partial T}\right)_{\ell,V} = \left(\frac{\partial f}{\partial T}\right)_{\ell,P} + \left(\frac{\partial f}{\partial P}\right)_{\ell,T} \left(\frac{\partial P}{\partial T}\right)_{\ell,V}$$

de

$$(\partial G)_T = f\ (\partial \ell)_T + V\ (\partial P)_T$$

il vient :

$$\left(\frac{\partial f}{\partial P}\right)_{T,\ell} = \left(\frac{\partial V}{\partial L}\right)_{T,P}$$

La (Rel. 16) devient alors :

$$\left(\frac{\partial f}{\partial T}\right)_{\ell,P} = \left(\frac{\partial f}{\partial T}\right)_{\ell,V} - \left(\frac{\partial V}{\partial \ell}\right)_{T,P} \left(\frac{\partial P}{\partial T}\right)_{\ell,V} \qquad \text{(Rel. 17)}$$

$\left(\frac{\partial V}{\partial \ell}\right)_{T,P}$ est petit pour les élastomères, mais $\left(\frac{\partial P}{\partial T}\right)_{\ell,V}$ n'est pas du tout négligeable ; s'il y a une participation $f_u$ plus importante le produit : $\left(\frac{\partial V}{\partial \ell}\right)_{T,P}$ par $\left(\frac{\partial P}{\partial T}\right)_{\ell,V}$ est une quantité dont il faut tenir compte.

Si l'on définit : $\alpha$ = le coefficient de dilatation thermique cubique et K = le coefficient de compressibilité isotherme on a :

$$\alpha = \frac{1}{V} \left(\frac{\partial V}{\partial T}\right)_{\ell,P} \quad \text{et} \quad K = -\frac{1}{V} \left(\frac{\partial V}{\partial P}\right)_{\ell,T}$$

et puisque :

$$\left(\frac{\partial P}{\partial T}\right)_{\ell,V} \left(\frac{\partial T}{\partial V}\right)_{\ell,P} \left(\frac{\partial V}{\partial P}\right)_{\ell,T} = -1$$

$$\left(\frac{\partial P}{\partial T}\right)_{\ell,V} = \frac{\alpha}{K} \qquad \text{(Rel. 18)}$$

FLORY a montré qu'il était pratique de donner : $\frac{f_u}{f}$ et tous calculs faits

$\frac{f_u}{f} = -\left[\frac{\partial\ \ell n\ (f/T)}{\partial\ \ell n\ T}\right]_{\ell,P} - \frac{\alpha T}{\gamma^3 - 1}$ (avec $\gamma$ = rapport de la longueur en extension à la longueur au repos).

...

BOYCE et TREOLAR (1970) ont constaté par un essai de torsion de caoutchouc naturel vulcanisé au peroxyde de dicumyle que $f_u/f = 0,126$ et reste constant quand l'allongement augmente et que le taux de rétification augmente.

GUTH (1970) vient d'attirer l'attention en rappelant que les concepts thermodynamiques tels que d'élasticité de cohésion, d'élasticité caoutchoutique dépendent d'abord des définitions :

Ainsi, en travaillant à volume constant on définit l'énergie disponible par l'énergie libre selon HELMOLTZ d'où :

$$f_u = \left(\frac{\partial U}{\partial \ell}\right)_{V,T} \quad \text{et} \quad f_s = -T \left(\frac{\partial S}{\partial \ell}\right)_{V,T}$$

en travaillant à pression constante, on définit l'énergie disponible par l'énergie libre selon GIBBS d'où :

$$f'_u = \left(\frac{\partial U}{\partial \ell}\right)_{p,T} \quad ; \quad f'_s = -T \left(\frac{\partial S}{\partial \ell}\right)_{P,T} \quad \text{et l'on doit ajouter} \quad f'_p = p \left(\frac{\partial V}{\partial \ell}\right)_{P,T}$$

soit $f = f'_u + f'_s + f'_p$.

Si on ne néglige pas $f'_p$, en posant $V = 1 + \alpha (T - T^o)$, $f'_u$ contiendra un terme en $\frac{Kk\, T\alpha\, (2\, T - T^o)}{\ell^2}$ qui indique bien que même si le coefficient de compressibilité K est indépendant de la température, l'expansion thermique $\alpha$ contribuera à l'énergie interne, ce qui n'apparait pas dans $f_u$ à volume constant.

L'approche thermodynamique, séduisante pour l'esprit, donne une vue globale des effets des phénomènes élastiques ainsi que des indications précieuses, que nous résumerons pour plus de clarté :

- Les effets de l'élasticité de cohésion et de l'élasticité caoutchoutique varient en sens inverse quand la température est modifiée, que l'essai soit effectué à volume ou à pression constants, bien entendu.

- L'étude de $(f_u/f)$ selon BOYCE et TREOLAR (1970) montre que le taux de rétification n'intervient pas dans la composante relative de l'élasticité de cohésion, bien que le module (voir par exemple : les résultats rapportés fig. 4 de THIRION et CHASSET) augmente avec ce taux.

Mais il ne faut pas oublier que l'élastomère même cristallin, n'a sa haute élasticité caoutchoutique qu'à température supérieure à Tg.

...

## III - 5. CARACTERES CRISTALLIN ET AMORPHE (NON CAOUTCHOUTIQUE).

Comme le rappelle TOBOLSKY (1967), quand une substance de faible masse moléculaire est amorphe comme l'acétate de sucrose par exemple, on peut mettre en évidence une transition vitreuse (par exemple en étudiant les variations de volume spécifique avec la température et en notant la température Tg pour laquelle il y a changement de pente). En-dessous de ce Tg elle est vitreuse et coule comme un liquide visqueux au-dessus de Tg. Quand on a affaire à un polymère linéaire non cristallin, on peut de la même manière, mettre en évidence un Tg, en-dessous duquel il est vitreux et au-dessus duquel, il se présente successivement aux états "cuireux" (angl. : leathery) ou "viscoélastique" puis "caoutchoutique" et enfin à T supérieure à la température de fusion $T_F$, à l'état "liquide."

A une température T suffisamment inférieure à Tg, le comportement du polymère est celui d'un "corps vitreux élastique idéal".

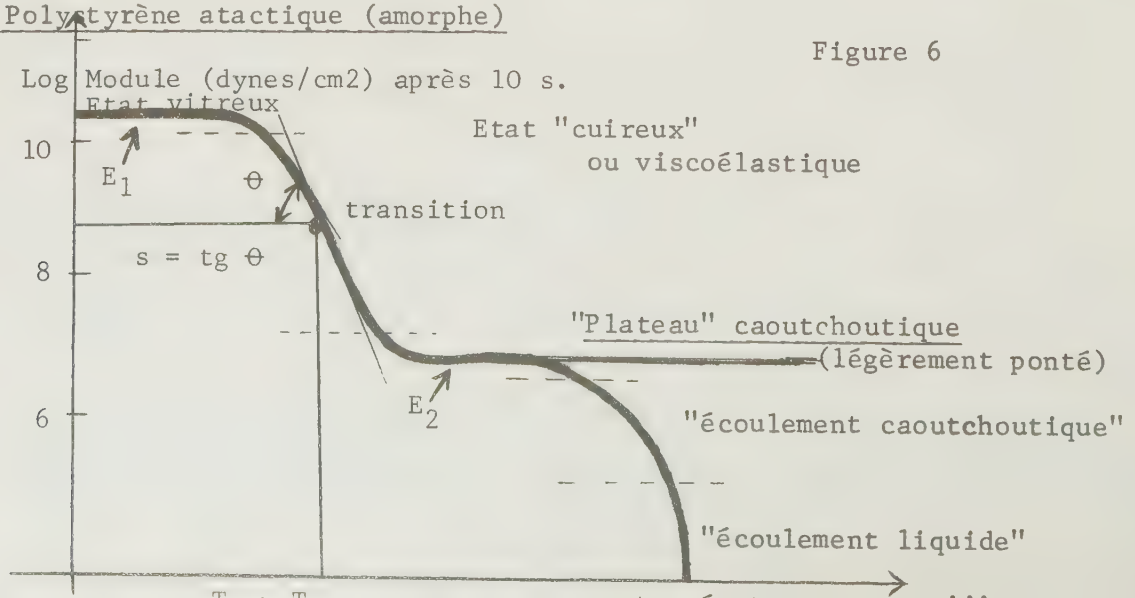
A une température T suffisamment supérieure à Tg, (et même à $T_F$) son comportement est celui d'un liquide visqueux, du moins pour de faibles cisaillements et pour autant qu'il ne se décompose pas !

Pour une température entre ces deux limites, le polymère aura un comportement dit "viscoélastique", et de ce fait le module d'élasticité correspondant à la composante élastique sera fortement dépendante du temps et de la température.

L'une des façons pratiques d'étudier le comportement rhéologique est de suivre le (logarithme du) module de cisaillement ou de traction observé après un temps donné constant, en fonction de la température. A titre d'exemple, voici la figure 6, empruntée à TOBOLSKY (1967).

Cas du Polystyrène atactique (amorphe)

Figure 6



Le comportement viscoélastique se manifeste aussi bien dans l'état vitreux, que dans les états "cuireux", caoutchoutique et liquide, mais avec des composantes visqueuse et élastique d'importances relatives très différentes.

C'est pourquoi le problème a été traité essentiellement de façon globale en tant que phénomène viscoélastique, qui se distingue de l'élasticité pure (à réponse instantanée, réversible et totalement récupérable du point de vue : travail) par une réponse non immédiate, pas entièrement réversible ni totalement récupérable du point de vue : travail.

Ainsi en soumettant brutalement une éprouvette de polymère à une sollicitation maintenue constante la déformation du polymère ne s'établit pas instantanément : tout se passe comme s'il y avait d'abord une fraction de réponse quasi-instantanée et une autre qui ne s'établira que progressivement...

Pour l'étude de la viscoélasticité, en premier lieu on considère ce comportement lié au temps, pour des déformations "suffisamment" petites afin de pouvoir assimiler les relations entre contraintes et déformations à des relations linéaires ; elles supposent l'applicabilité du principe de superposition de Boltzmann, selon lequel plusieurs causes (de même nature) produisant des effets (d'une même autre nature), agissant simultanément, conduisent à un effet global égal à la somme des effets que produiraient individuellement ces causes.

On a élaboré plusieurs méthodes de description de ce comportement (voir par exemple ALFREY , 1947), et mises au point des méthodes de calcul pour passer de l'une à l'autre (voir par exemple PERSOZ, 1960). Par la suite,l'école française (MANDEL J. 1958) a développé l'utilisation du calcul opérationnel pour établir une solution complète du problème de la répartition des contraintes et déformations pour des sollicitations quelconques.

Pour l'étude pratique de la viscoélasticité on procède selon deux modes essentiels :

a) On applique "instantanément" une force $\sigma_c$,maintenue ensuite constante et l'on suit en fonction du temps la déformation e : on définit alors une fonction de fluage F (t)

$$F(t) = \frac{e(t)}{\sigma_c} \qquad \text{(Rel. 19)}$$

On suppose l'homogénéité de l'éprouvette et un matériau "boltzmanien".

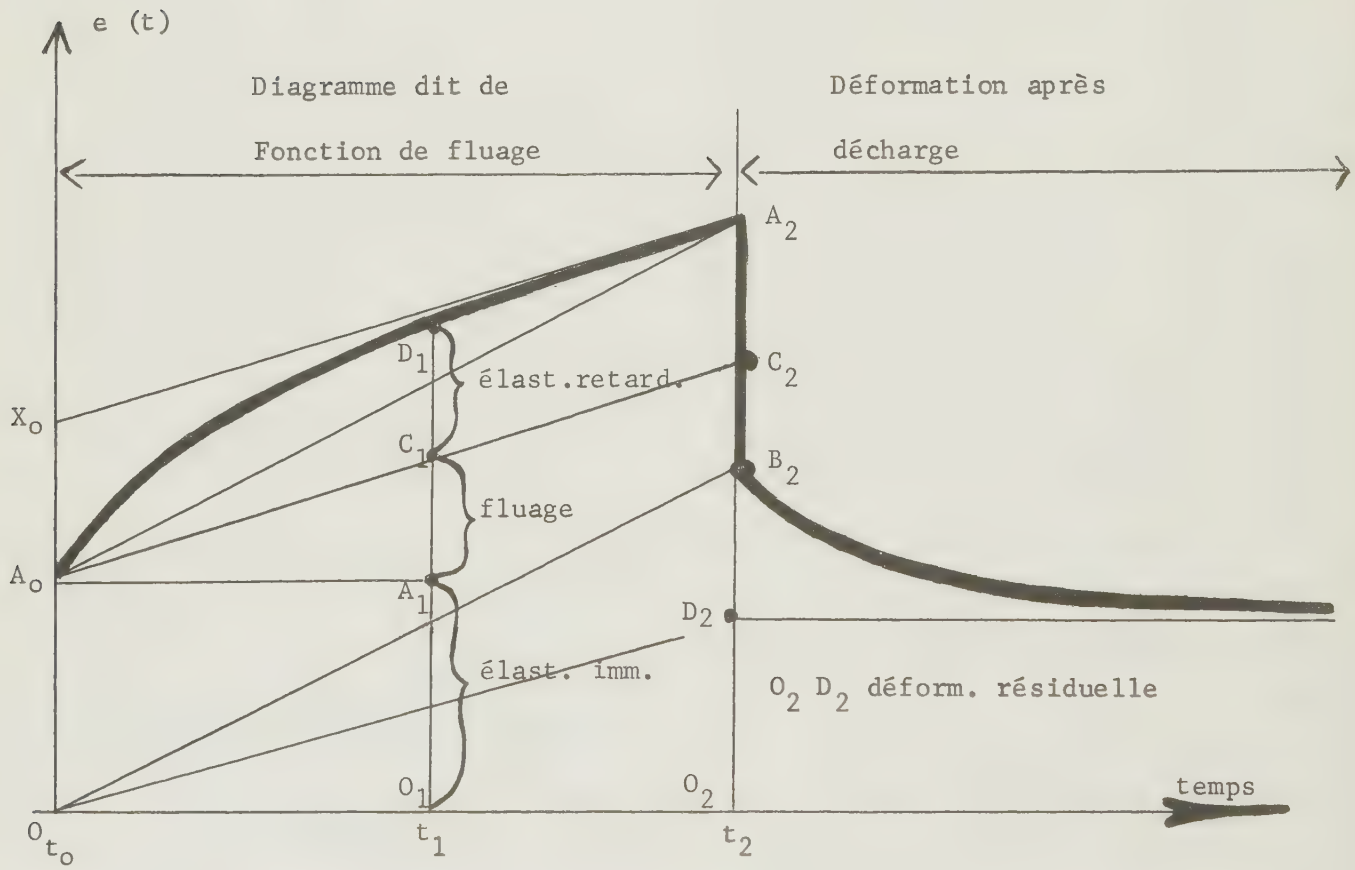
...

Dans un essai de traction sous charge constante, la mesure de l'allongement permet d'atteindre la fonction de fluage correspondant au module d'Young E (t), pour autant que la section de l'éprouvette soit uniforme.

Dans un essai de torsion, la mesure de l'angle de torsion sous couple imposé fournit la fonction de fluage correspondant au module de cisaillement G (t).

On obtient des courbes du type e (t) = f (t) selon la figure 7.

Figure 7




Le diagramme correspondant à l'intervalle de temps $t_o \rightarrow t_2$ pendant lequel la force $\sigma_c$ a été appliquée, permet de saisir pour un temps $t_1$ quelconque, compris entre $t_0$ et $t_2$, les composantes d'élasticité immédiate ou instantanée ($O_1A_1 = O\ A_o = A_2\ B_2$), d'élasticité retardée ($D_1\ C_1$ par la parallèle $A_o\ C_2$ à $A_2\ X_o$, $A_2\ X_o$ tangente en $A_2$ de la courbe) et du fluage $A_1\ C_1$ par différence.

...

Ce fluage correspond à un écoulement et qui est responsable de la déformation permanente ($O_2$ $D_2$ déterminé par O $D_2$ parallèle à $A_o$ $C_2$).

La fonction de fluage a la dimension d'une complaisance (inverse d'un module) : $J = (\varepsilon\ (t)/f_c)$ ; $J_o$ : complaisance instantanée du matériau ; J (t) : complaisance recouvrable retardée fonction du temps.

Comme il y a fluage, donc écoulement, on doit tenir compte d'une viscosité $\eta$(correspondant à l'inverse de la pente de l'asymptote $X_o$ $A_2$).

On aura alors :

$$e\ (t) = f_c\ (J_o + J\ (t) + \frac{t}{\eta}) \qquad \text{(Rel. 20)}$$

On complète souvent le diagramme par l'étude de la déformation après décharge, dont tous les éléments se déduisent du diagramme dit de fonction de fluage, pour autant que le matériau soit boltzmanien.

b) On peut également mettre en évidence la viscoélasticité par un essai de relaxation, où l'on fixe l'allongement imposé $e_c$ et où l'on suit en fonction du temps l'évolution de la force nécessaire $\sigma(t)$ au maintien de la longueur imposée constante.

La fonction de relaxation $R$ (t) est définie comme le rapport de la contrainte $\sigma(t)$ nécessaire à chaque instant à la déformation imposée constante $e_c$ et la fonction de relaxation obtenue aura la dimension d'un module.

Pour l'étude théorique de la relaxation on introduit une fonction dite de mémoire, qui tient compte de l'histoire de mise sous contrainte à l'instant $\tau$ antérieur au temps t, (qui intéresse la fonction de relaxation) ; cette fonction mémoire f' $(t - \tau)$, n'a de sens que si le matériau est boltzmanien, elle permet de définir la déformation passée par la relation :

$$d\,\varepsilon\ (t) = \sigma\ (\tau)\ \ f'\ (t - \tau)\ d\,\tau$$

A l'instant t la déformation dûe au passé est de la forme :

$$\varepsilon\ (t) = \int_{-\infty}^{t} \sigma\ (\tau)\ \ \sigma'\ (t - \tau)\ d\,\tau$$

et on en tire la relation :

$$\sigma\ (t) = \int_{0}^{t} \dot{e}\ (t)\ R\ (t - \tau)\ d\,\tau \qquad \text{(Rel. 21)}$$

en supposant e (0) nul et $\dot{e}$ (t) continue.

...

Remarque : pour tenir compte de la définition consacrée par l'usage des modules et viscosités, les fonctions de fluage et de relaxation sont données suivant la forme :

$$F(t) = \frac{2\,e\,(t)}{\sigma_o} \qquad \text{et} \qquad R(t) = \frac{\sigma\,(t)}{2\,e_o}$$

(voir à ce sujet, par exemple BUVET, 1970 ou bien la revue des modèles mécaniques des phénomènes de relaxation d'AXELRAD, 1970 et 1971).

Ces processus de retardation sont définis par un coefficient $\theta = \eta/G$ qui est appelé le temps de relaxation ou de retardation selon le cas, et en fait, on a affaire à une distribution à un "spectre" de temps de retardation, qui s'exprime par la complaisance : $J(\theta)\,d\theta$ en fonction de $\theta$ (ou éventuellement on considère $\ln\theta$ plutôt que $\theta$) ou ~~de distribution~~ à un spectre de temps de relaxation qui s'exprime par $G(\theta)\,d\theta$ en fonction de $\theta$ (ou $\ln\theta$), ce qui devrait mettre en évidence les composantes "visqueuse" et "élastique" du système étudié.

On a étudié ainsi l'incidence de l'introduction de segments plus ou moins rigides dans les macromolécules sur les phénomènes de relaxation. Il apparaît que la présence de segments relativement rigides a une influence sur la séparation des phases cristalline et amorphe (CLOUGH, SCHNEIDER et KING 1968 ; FERGUSON et coll. 1972, 1972a).

Ces développements, sur les relaxations, satisfaisants pour l'esprit, ont permis d'utiliser des modèles analogiques dont la combinaison donne comme résultante des comportements d'allure... analogue à celle des comportements observés. Mais cette analyse, somme toute, par approximations mathématiques à l'aide de modèles rhéologiques, ne peut rendre exactement ce qui se passe réellement et physiquement.

En effet, la substance macromoléculaire mixte, ne peut être considéré comme un corps homogène à une seule phase ; si grossièrement on peut distinguer une phase cristalline et une phase amorphe, il existe des continuités entre elles ; chaque région réagit à la contrainte selon un mode différent, et la contrainte ne peut plus être homogène à l'échelle des cristallites : il y aura de fortes concentrations de contrainte au voisinage des domaines de transition ; l'équilibre des phases sera rompu par la déformation et les changements pourront modifier l'importance des phases : l'entropie diminue avec la déformation, du fait aussi d'une cristallisation par étirement et d'une meilleure orientation dans le domaine amorphe ; la pseudoréticulation engendrée par la participation de certaines macromolécules des deux phases en évolution, modifie aussi les possibilités d'écoulement.

Le développement d'une rhéologie non linéaire qui tient davantage compte de tous ces effets secondaires (caractère non linéaire des relations $\sigma$ (e), discontinuités, plasticité) a conduit à l'établissement de modèles (à patin, à butée, à régulateur) qui permettent par leur résultante de se rapprocher des comportements réels, mais sans qu'il ne soit finalement possible d'attribuer une correspondance entre les modèles et les réalités physiques.

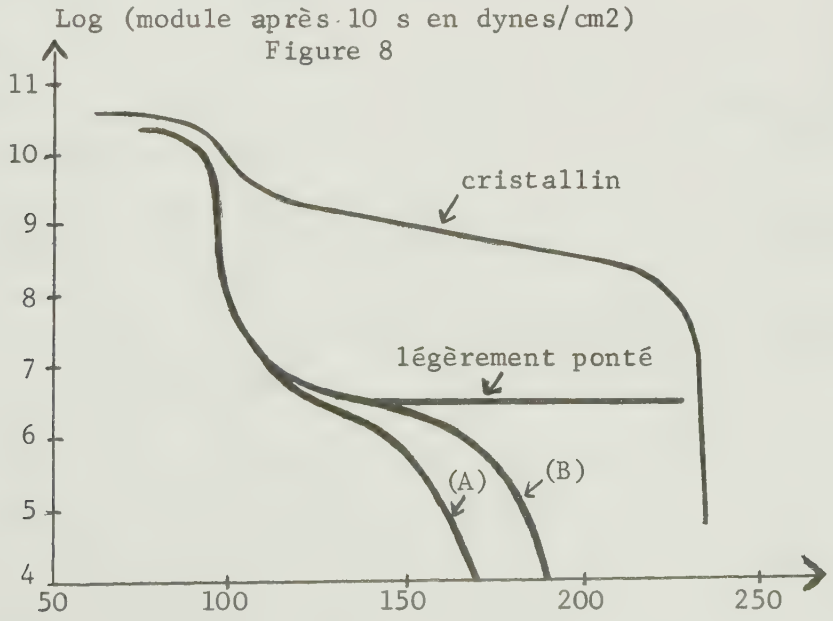
Selon la conclusion récente de FLORY (1971) l'utilisation de modèles artificiels devient inutile, si l'on saisit mieux les structures effectives ainsi que les interactions qu'elles engendrent, compte tenu des configurations possibles (ou les plus probables). C'est d'ailleurs bien dans cette direction que s'oriente la physicochimie actuelle. Malgré certains débuts prometteurs, cette étude n'est pas encore assez avancée pour pouvoir nous servir.

C'est pourquoi pour essayer de dégager l'incidence des composantes "cristallite" et "amorphe" on a encore recours à l'expérimentation directe.

Ainsi on peut suivre l'évolution du module log E en fonction de la température pour un corps à l'état plus ou moins cristallin.

TOBOLSKY (1967) a décrit le comportement d'un polystyrène isotactique (semi-cristallin) et de 2 polystyrènes essentiellement amorphes A et B, A étant de masse molaire plus faible que B et en même temps il a mis en évidence sur ces 2 produits l'incidence d'une faible réticulation.

Figure 8




...

On peut constater que l'influence de la masse moléculaire ne se fait sentir qu'à une température supérieure à $T_g$, dans le domaine de l'écoulement élastique et de l'écoulement liquide : une masse molaire plus grande déplace cette partie de la courbe log E = f (T) vers les températures plus élevées ; par contre une légère réticulation conduit à un comportement caoutchoutique identique quelle que soit la masse molaire.

Cette approche met en évidence les comportements au-dessus de $T_g$ selon les structures amorphes ou cristallines. Par ailleurs, elle montre qu'en-dessous de $T_g$, l'élasticité est sensiblement la même que le polymère soit semi-cristallin ou amorphe : la partie "cristalline" ne semble donner qu'une faible contribution supplémentaire-par rapport à celle du domaine amorphe vitreux - à la cohésion de l'ensemble. De plus, puisque le module ne varie guère avec la température dans le domaine vitreux, il semble indiquer qu'il s'agisse d'une élasticité de cohésion qui domine.

Il est vrai que la mise en évidence de la variation de module avec la température est difficile et délicate. Ainsi F. LINHARDT (1966) a montré la nécessité d'opérer rapidement, brutalement, pour ne pas risquer de masquer l'effet entropique par l'effet d'écoulement qui se superpose et qui est relativement d'autant plus important que la température est plus élevée.

Un autre aspect du comportement viscoélastique c'est son caractère de non-équilibre. En effet, lorsqu'on soumet une substance macromoléculaire à une contrainte fixe, on observe un retard à la déformation ; dans le cas d'un cycle fermé de déformation, cela se traduit par une boucle d'hystérèse, dans le diagramme force-déformation contrairement à ce qu'on observe pour une déformation en régime hookéen : cette boucle représente une énergie dissipée. Plus la température est basse, plus les contraintes sont figées et plus certains temps de retardation deviennent élevés : l'évolution spontanée vers l'équilibre est lente et par suite, la boucle d'hystérèse sera plus importante. C'est le non-équilibre mécanique qui sera à l'origine de cette dissipation d'énergie.

La dissipation d'énergie est possible, même si l'équilibre mécanique est permanent ; en effet, les variations de volume ou de structure qu'entraîne la déformation provoque des variations de température comme nous l'avons vu - et en sens inverse selon qu'il s'agit de cohésion ou d'entropie - le flux de chaleur irréversible entraîne, en vertu du deuxième principe de la thermodynamique, une

...

déperdition d'énergie quand on a refermé le cycle ; dans ce cas c'est le non-équilibre thermique qui sera à l'origine de la dissipation d'énergie.

Une troisième forme de non-équilibre peut intervenir, inhérente à la structure mixte : la déformation mécanique peut favoriser l'ordonnancement de la phase amorphe et même son cheminement vers l'état cristallin ; l'équilibre des deux phases cristalline et amorphe ne peut se faire que progressivement et lentement, et ne saurait être atteint au cours du cycle mécanique proposé : il en résulte une hystérèse de "phase", qui entraîne également une dissipation d'énergie : il s'agit ici du non-équilibre de phase.

Cette notion de non-équilibre est fondamentale. La contribution de chacune des trois formes de non-équilibre va dans le même sens : la boucle d'hystérèse mécanique est la résultante des trois énergies de dissipation, qui se traduisent par une dissipation d'énergie mécanique, transformée en chaleur avec élévation de température plus ou moins importante en fonction des possibilités d'évacuation de la chaleur ainsi produite.

## III - 6. LE CAS DES TEXTILES.

Il constitue un cas particulier des précédents, en ce sens que pour la pratique, on ne s'intéresse qu'à l'état vitreux ou du moins qu'aux conditions de température en-dessous de Tg.

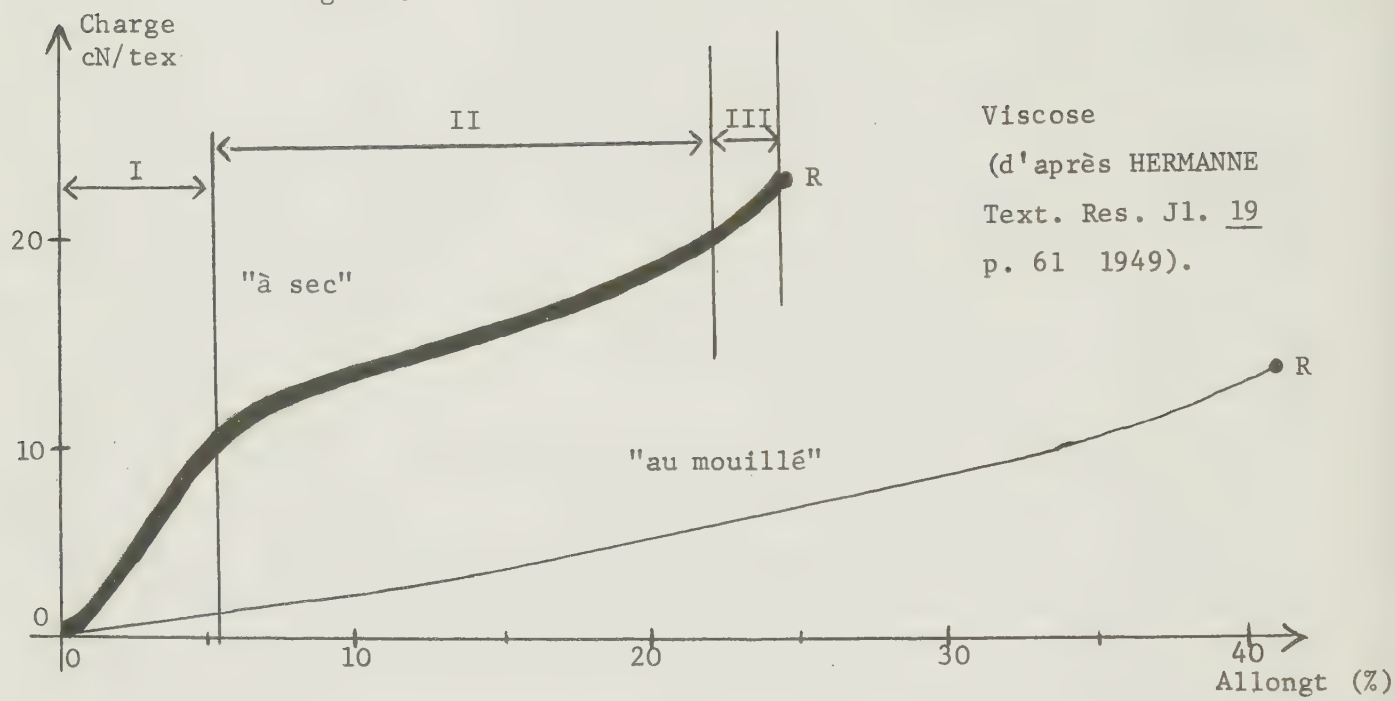
Il est d'usage d'analyser le cas des fibres à partir des diagrammes charge-allongement : nous reprendrons l'essentiel du traitement donné par KAST, (1956) dans le classique STUART.

KAST considère le cas de fibres hydrophiles bien étudiées et notamment, celui des cellulosiques.

Le diagramme d'une fibre de rayonne viscose d'après HERMANNE (1949) a l'allure de la figure 9 (p. 44).

...

Figure 9




Viscose
(d'après HERMANNE
Text. Res. J1. 19
p. 61 1949).

La détermination dite "à sec" correspond à celle où la matière est en équilibre d'adsorption avec une atmosphère à 65 % d'H.R. à 20°C.

L'allure est typique et se retrouve pour toutes les fibres : une partie I de pente relativement forte, une partie II de pente plus faible et une partie III avec en général, une modification de pente par rapport à II. Les importances relatives de I, II, III changent avec la nature de la fibre.

La région I, à la caractéristique hookéenne totalement et immédiatement réversible - du moins dans le domaine des temps de maintien sous tension de l'ordre de la journée - correspond à une élasticité de cohésion que l'on attribue classiquement aux déformations élastiques des domaines cristallins en rapport avec les modifications des angles de valence des molécules dans ces domaines.

La limite du domaine hookéen, serait régie par la tension nécessaire pour engendrer le deuxième mécanisme de déformation (région II) que l'on attribue à une élasticité entropique, car si apparemment la déformation semble irréversible, le fait de se rapprocher du Tg (qui est inaccessible sans décomposition) - soit en élevant la température, soit en abaissant le Tg par addition d'un plastifiant, soit encore en combinant l'action de la température et d'un plastifiant - permet un retour élastique plus ou moins lent (appelé parfois "latent recovery" ou "swelling retraction") ce qui est une caractéristique de l'élasticité entropique.

...

La région III, correspondrait entre autres à une déformation avec écoulement, donc irréversible, en même temps qu'à une striction, plus ou moins accusée ce qui explique la remontée, - bien que parfois il s'agisse d'un abaissement - du dernier tronçon.

Toutefois, à l'analyse, on comprend mal pourquoi les déformations correspondant à une déformation réversible (région II) d'origine entropique, ne puissent s'effectuer qu'à des tensions supérieures à celles des déformations d'élasticité de cohésion dans les régions cristallines pour lesquelles les interactions sont d'effet maximal. On s'attendrait plutôt à rencontrer d'abord le comportement de la région II et ensuite celui de la région I du diagramme...

Si effectivement le comportement hookéen de la région I, était régi par les déformations "valencielles" des cristallites, il devrait être possible de suivre cette déformation du réseau cristallin par diffraction aux rayons X pendant l'allongement.

Par ailleurs, cette condition impliquerait que la présence d'un adjuvant dans les seuls domaines amorphes - sans pénétration dans le domaine cristallin - ne devrait pas modifier le module d'élasticité initial ; évidemment dans le cas où l'adjuvant serait absorbé ou adsorbé au sein du domaine cristallin, le module d'élasticité doit changer énormément : c'est ce qu'on suppose dans le cas de l'essai sur la viscose au mouillé (figure 9).

Pour contrôler ces hypothèses, nous avons effectué les expériences suivantes sur la laine (SCHUTZ, BLIN, 1970):

a) Nous disposions d'une laine Texel 3294 de 37,4 micromètre de diamètre et de 75 mm de long ; nous avons suivi par une méthode de transmission (voir annexe A3) l'intensité de la réflexion méridienne de 5,14 Å - qui correspond au pas de l'hélice $\alpha$ - et de la réflexion équatoriale de 4,65 Å - qui correspond à la distance des chaînes $\beta$ - en étirant lentement la fibre à 1,6 %/heure, et avons pu constater d'après les mesures enregistrées par un compteur, qu'il n'y avait pas de modification de distances réticulaires initiales, même pour des allongements allant jusqu'à 30 %. Ces observations sont en accord avec celles de BENDIT (1960) qui a utilisé une technique similaire ainsi qu'avec celles de WOOD et KING (1965) qui ont suivi l'évolution des intensités d'interaction hydrogène intrachaînes par spectrographie I.R., sans trouver de déplacement de fréquences malgré les allongements

b) Nous avons déterminé le comportement rhéologique (sur fibres individuelles) d'une laine fine d'Australie de 18,3 micromètres de diamètre en différents milieux : (SCHUTZ, HUS 1971 résultats non publiés)

- en atmosphère normale (65 % H.R. 20°C)
- dans le perchloréthylène
- dans le méthanol
- dans l'isopropanol (voir figure 10)

Pour chaque solvant on obtient un tracé de courbes différent : ce tracé est une courbe moyenne obtenue en portant pour chaque centième (%) d'allongement la moyenne des ténacités obtenues par 100 voire 200 déterminations individuelles.

Par ailleurs les distributions des modules hookéens individuels pour chaque série effectuée dans un milieu particulier, ont été analysées par "test" de $\chi^2$ : les modules hookéens sont significativement différents en changeant de milieu.

Il en résulte donc, au moins en ce qui concerne la laine, que les domaines cristallins ne semblent pas participer à l'élasticité de cohésion.

Nous pensons qu'en fait, cette élasticité de cohésion correspond à ce qui se passe non pas au sein des cristallites - qui se comportent pratiquement comme une charge - mais à l'interface cristalline amorphe dans laquelle il existe des liaisons secondaires et des liaisons par molécules participant des deux domaines.

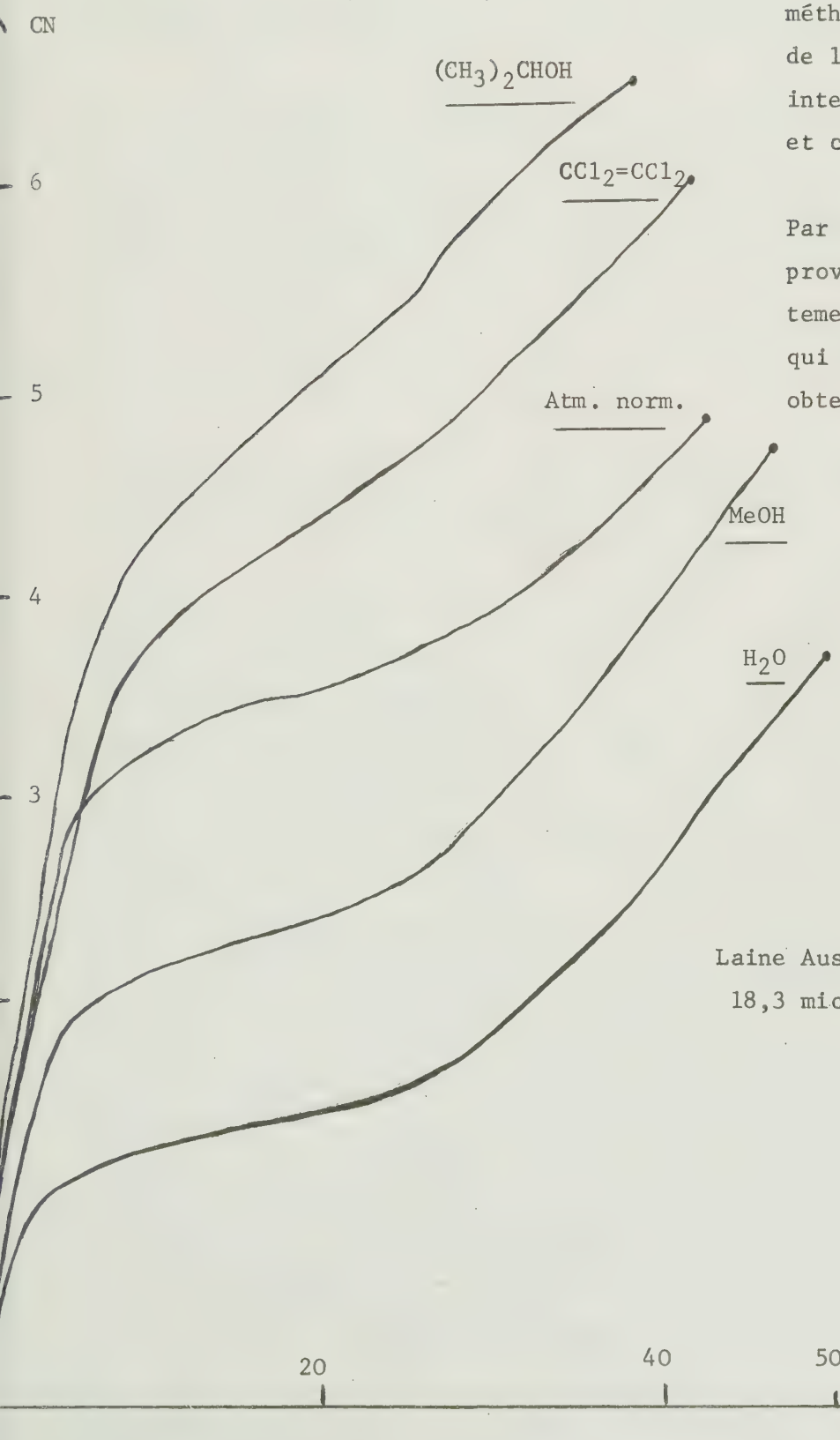
Si le solvant ne pénètre pas dans le domaine cristallin, par contre il peut agir à l'interface qui lui est accessible.

Ceci conduit à une nouvelle conception de la relation structure - rhéologie : ce sera la conclusion de ce chapitre.

## III - 7. CONCLUSION.

Notre nouvelle hypothèse de travail sera donc la suivante :
en dehors de la partie périphérique à orientation radiale (la "peau", "cuticule" ou "membrane primaire"...), la grande masse d'une fibre est constituée de parties fortement organisées, les fibrilles, les cristallites, autour desquels se trouvent des parties peu organisées, "amorphes". A l'interface cristalline-amorphe, joueront des interactions relevant de "liaisons secondaires" (interactions Van der Waals, hydrogène) consolidées éventuellement, peu ou prou, par les molécules participant des deux domaines et que nous appellerons par commodité "chaînes mitoyennes".

Figure 10




Il est à remarquer qu'en milieu de méthanol le comportement rhéologique de la même laine se situe de façon intermédiaire entre celui dans l'e et celui en atmosphère "conditionné

Par contre le perchloréthylène provoque une modification de compo tement qui se traduit par une cou qui se situe au-dessus de celle obtenue en atmosphère "conditionné

Enfin en milieu d'isopropanol on obtient une courbe qui se situe encore au-dess de celle obtenue en milieu de perchloréthylène.

Laine Australie
18,3 micromètre.

...

Etant donné que la région I hookéenne et immédiat ement réversible relève d'une élasticité de cohésion, mais que les cristallites ne sont pas concernés, cette cohésion doit jouer soit aux interfaces cristallines amorphes, soit au sein même du domaine amorphe.

En effet, la "cohésion" n'est que le résultat du champ d'interactions multiples qui peuvent s'exercer notamment aux points de rapprochement suffisant de chaînes, somme toute relativement orientées et non totalement et complètement pelotonnées, désordonnées comme si elles étaient libres et indépendantes dans un solvant qui les gonflent... Puisque les modules observés sont bien inférieurs à ceux que devraient donner théoriquement les cristallites, cela signifierait que les interactions sont plus faibles du fait du nombre plus restreint de possibilités de "liaisons secondaires" - de points de "contact" -

Par analogie avec ce qui semble se passer avec les métaux, on peut penser que la cohésion à l'origine de cette "élasticité de cohésion" intervient essentiellement au niveau des interfaces.

Les interfaces joueront également le rôle de dislocations à l'origine de glissements quand la déformation aura dépassé la limite élastique de cohésion. Par analogie avec un métal, le balayage du plan de glissement par une ligne de dislocation se ferait par "bonds" au niveau du "trou", qui se déplace de proche en proche : l'effort à fournir est celui qui est nécessaire au déplacement du défaut suivant un "bond", effort bien moindre à celui que nécessiterait le déplacement en bloc de tout un plan sur son voisin : la température de transition vitreuse pourrait être assimilée alors à la température $T_D$ des solides cristallins (MATHIEU 1959) à partir de laquelle toute contrainte même très petite appliquée dans le plan de glissement provoquera le déplacement de la ligne d'interface ; en-dessous de cette température cela ne pourra se faire que si la contrainte atteint une valeur seuil qui est la contrainte limite de l'élasticité hookéenne. Cette température $T_D$ correspond à l'intensité des vibrations thermiques suffisante pour rompre les interactions aux interfaces. L'addition d'un "plastifiant" à effet "rupteur de liaisons" par la perturbation qu'il apporte aux interactions à l'interface et au sein du domaine amorphe, fait le même effet qu'une élévation de température : ainsi la fibre de viscose mouillée n'a plus d'élasticité hookéenne de "cohésion" à température ordinaire.

...

Les chaînes "mitoyennes" jouent certainement un rôle important de rétification, à la manière d'un (léger) vulcanisat, et faciliteront "la mémoire" des positions relatives initiales des domaines cristallins et amorphes.

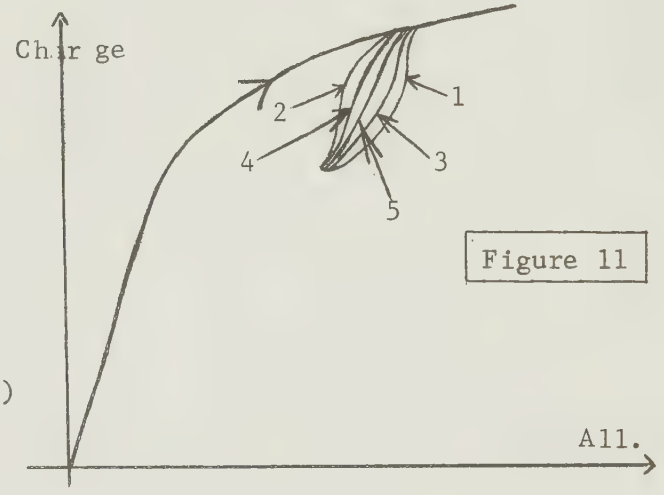
Aussi, s'il y a glissement d'une part et orientation des domaines amorphes d'autre part, au moment où l'on supprime les contraintes de charge, le domaine amorphe pourra agir par un mécanisme entropique pour reprendre son état initial et provoquer le retour élastique plus ou moins lent et plus ou moins complet selon les conditions d'étirement et de température.

Par ailleurs la sollicitation mécanique de tension aura pour effet dans le domaine amorphe, de provoquer une redistribution des "trous" : dans l'état désordonné, les trous seront nombreux et petits ; dans l'état "tendu", ordonné, pour un même volume global de "trous", il y en aura moins, car ils se trouvent regroupés en "trous plus grands" et probablement plus accessibles. Pour vérifier cette hypothèse, nous avons soumis des fibres de laine à diverses extensions et mesuré les taux de sorption (SCHUTZ, BLIN 1970). Dans cette intention, nous avons placé la laine en adsorption dans une atmosphère à 12,0 % ± 0,1 % d'humidité relative à 20,0°C (± 0,1°C) ; dans ces conditions cette absorption correspond essentiellement à l'eau dite "liée" (voir : CHABERT, DIEMUNSCH 1962). Nous avons mesuré l'absorption (au quasi-équilibre) de la laine à l'état de repos sans contrainte, et à l'état allongé ; la difficulté d'avoir un support résistant (et donc lourd) et la nécessité d'une haute précision de pesée ne nous ont permis de comparer utilement que la laine initiale et la laine allongée à 8,6 % : et en-dessous de 8,6 % les pesées ne sont pas assez précises au delà de 8,6 % il n'a pas été techniquement possible d'assurer rigoureusement le même allongement pour toute la masse des fibres.

Ainsi, à 20°C et à 12 % d'H.R.,la sorption de la laine augmente de 3,804 % ± 0,016 %* à 3,897 % ± 0,016 % si on l'étire de 8,6 % : la différence 0,093 % ± 0,032 %, effective, positive, indique bien qu'il y a augmentation de parties accessibles à l'eau, ce qui semble bien confirmer notre hypothèse de formation de "trous" plus grands. D'ailleurs ce résultat est en accord avec l'observation de BENDIT et coll. (1959) selon laquelle l'accessibilité au Deutérium s'accroît quand on allonge la laine.

* Nota : les 0,016 % représentent la somme de toutes les erreurs maximales possibles, et non une limite pratique d'erreur statistique qui serait plus faible.

Ce modèle a également l'avantage d'expliquer pourquoi les"petits cycles répétés" (CHAMPETIER, 1965) (fig. 11) de délestage partiel de la contrainte et de remise sous charge pendant quelques périodes, conduit à l'estimation d'un module élastique dans la région II, et qui évolue selon l'allongement imposé préalablement.




les cycles 1 - 2, 3 - 4, conduisent à 5 de comportement hookéen (5 - 6 confondus)

Figure 11

L'évolution de ce module pourrait bien être en rapport avec la modification des conditions de cohésion de l'interface après un certain glissement, ou même éventuellement de cohésion au sein du domaine amorphe, car les modules apparents évoluent (fig. 12 d'après CHAMPETIER) dans le sens d'un accroissement, donc d'interactions améliorées du fait de contacts plus nombreux par meilleure parallélisation des chaînes...

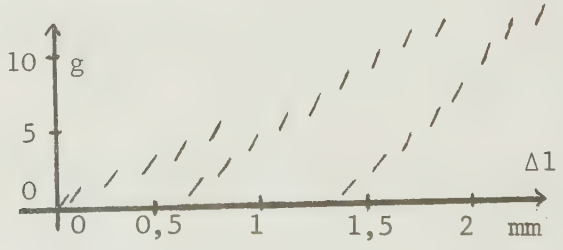
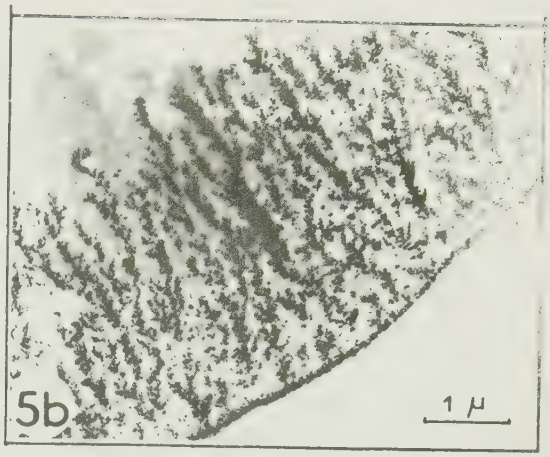



Figure 12 (d'après CHAMPETIER)

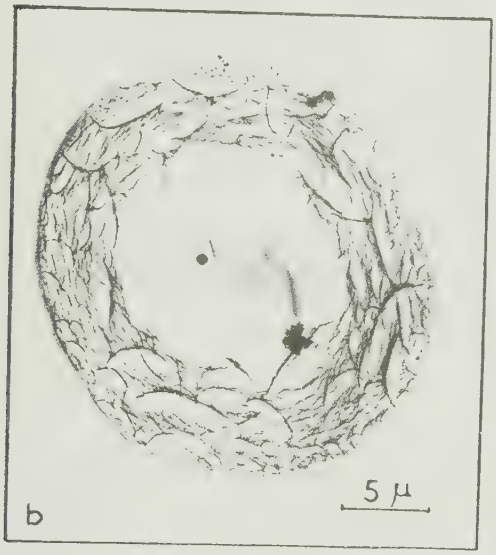
Propriétés mécaniques d'une fibre de Nylon à l'état étiré.

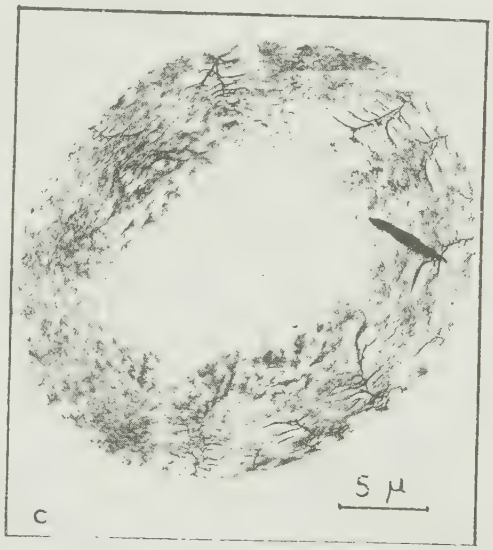
- Fibre de Nylon. Longueur 10 mm. Vitesse d'allongement 6 mm/mn.

...

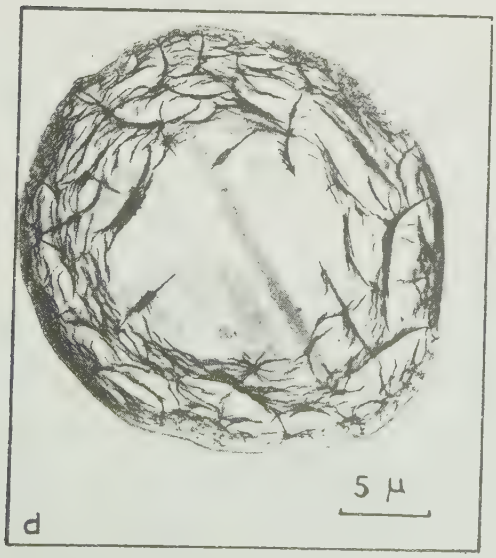


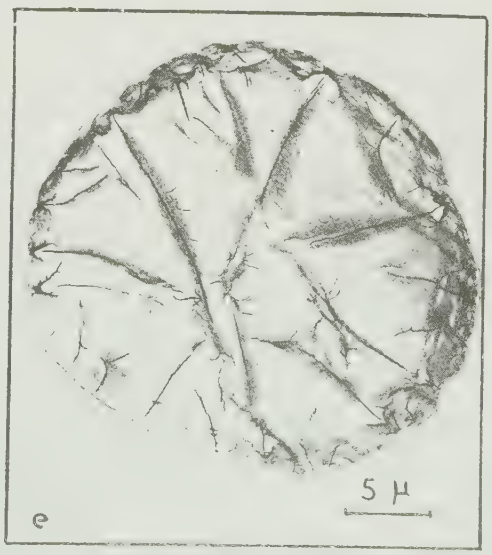

Viscose




a, b, c, d, e = Polyacrylonitrile: séchage variable.



Il nous reste à dire un mot sur la partie périphérique. Celle-ci étant composée de macromolécules plutôt orientées radialement, nous pouvons nous attendre à une structure similaire à celle du "coeur" mais avec des surfaces de clivage, de dislocation, dirigées vers le centre. Cela est confirmé, dans certains cas, d'une façon visuelle par certains clichés obtenus par SOTTON (voir reproduction de la page 11 , rappelée page 51).

En conclusion, notre modèle qui essaie de tenir compte de la plupart des faits et théories exposés jusqu'à présent, peut constituer une hypothèse de travail sur laquelle nous essayerons de nous appuyer pour l'étude de la fatigue.

---

# IV - ETUDE DU PHENOMENE DE LA FATIGUE

## IV - 1. INTRODUCTION.

La fatigue peut se concevoir de deux manières essentiellement :

a) on met l'éprouvette sous une contrainte (voire une charge) fixes et l'on détermine la durée nécessaire (durée de vie) jusqu'à l'apparition de la défaillance : c'est l'épreuve dite de fatigue statique.

b) on soumet le matériau à une série de contraintes et de relaxations (totales ou partielles) alternées et l'on compte le nombre de cycles (voire le temps, si les cycles sont périodiques) ainsi supportés sans défaillance : c'est l'épreuve dite de fatigue dynamique.

Notons que "contrainte" est à prendre dans un sens très large ; citons, par exemple, la similitude entre chocs thermiques et contraintes purement mécaniques qu'a pu montrer HASSELMAN (1969) dans le cas de matériaux fragiles (céramiques).

Sans trop de rigueur, on peut considérer la fatigue statique comme un cas particulier de la fatigue dynamique où la rupture serait provoquée avant la fin de la première moitié du premier cycle. Toutefois, il semble préférable de distinguer ces deux concepts.

Par ailleurs, l'étude de la fatigue comprend aussi bien l'origine, la cinétique que l'aboutissement de ce phénomène évolutif, soit en d'autres termes, elle englobe l'initiation, la propagation et la terminaison "catastrophique" : la fracture.

On a distingué la fracture catastrophique fragile de la fracture ductile ; en fait, dans la fracture fragile on a affaire à une déformation très limitée, en rapport avec l'état très rigide vitreux et/ou cristallin, et dans le second cas, à une déformation irréversible (correspondant à un cisaillement en rapport avec un état viscoélastique) précédant la fracture ductile.

...

En augmentant la température dans une série d'essais de rupture WOLOCK, KIES et NEWMAN (1959) ont montré l'évolution progressive de la "nature" de la fracture de poly (méthacrylate de méthyle) qui est fragile à 23°C, (devient "mixte" à température plus élevée pour être franchement ductile à 70 - 80°C, voir figure 13 page 55).

De ce fait, il est difficile de classer rigoureusement et systématiquement les modes de fracture en ces 2 catégories : et il faut donc pouvoir davantage nuancer ces concepts.

Aussi n'allons nous pas étudier séparément ces deux types de fracture, mais d'une part la fatigue statique, parce qu'elle peut éventuellement nous donner des informations sur le mécanisme (initiation et éventuellement : propagation) et d'autre part, la fatigue dynamique.

## IV - 2. LA FATIGUE STATIQUE.

La fatigue statique est une épreuve de mise sous contrainte, maintenue constante, pendant une durée telle, qu'apparaissent les défaillances.

Selon l'intensité de la charge, la durée peut varier énormément. Ainsi, l'épreuve de traction jusqu'à la rupture classique peut être considérée comme un cas limite de fatigue statique : la durée dt de "maintien" de la charge imposée étant très faible... toutefois le résultat obtenu dépend surtout des conditions de mise sous tension (mode, vitesse) même si l'on opère à température et en atmosphère constantes; aussi, bien que l'essai classique à la rupture ne nous intéresse pas directement, nous le considérerons également, en ce qu'il nous peut apporter en renseignements.

En pratique, pour l'étude de la fatigue statique, on applique une contrainte $\sigma$ (inférieure à la contrainte de rupture immédiate) et l'on note le temps t nécessaire jusqu'à apparition de la défaillance, de la rupture. En variant $\sigma$, on relève différents t, et en portant $\sigma$ (ou log $\sigma$) en fonction de log t, on obtient généralement des droites, de pente négative, pour plusieurs décades de temps : on appelle parfois une telle représentation : "diagramme de Woehler", bien qu'il ne s'agisse pas de fatigue dynamique. Il arrive qu'on observe une modification de l'allure de $\log \sigma = f(\log t)$, qui semblerait suggérer que $\sigma$ tende vers une valeur fixe : $\sigma_f$, asymptotique à une parallèle à l'échelle des temps ; ce qui signifierait

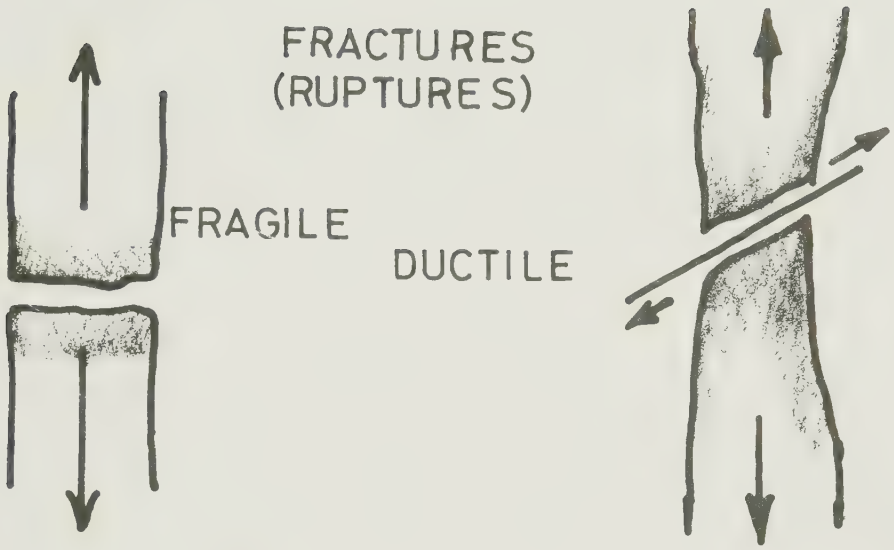
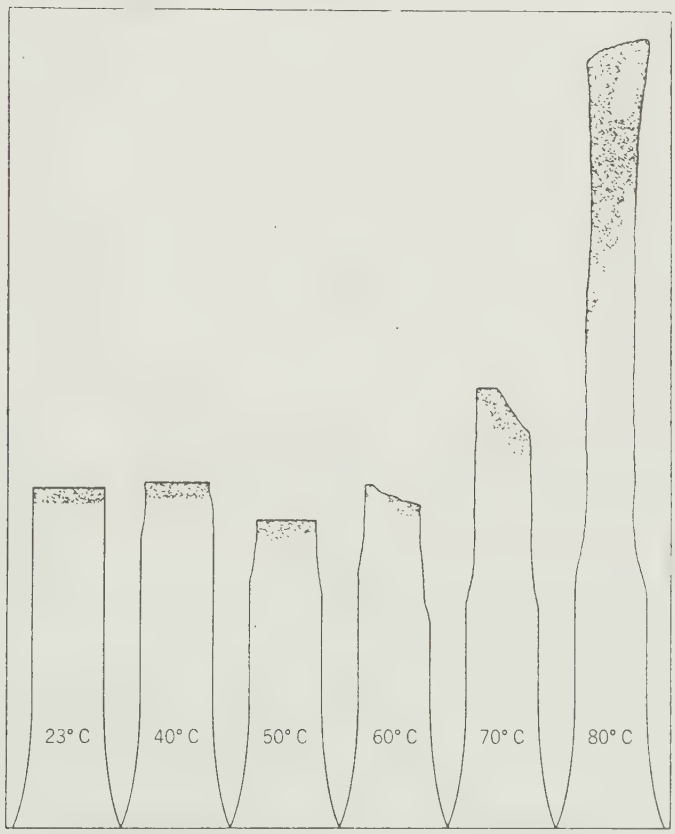



Fig. 13




PMM D'APRÈS WOLLOCK (1959)

alors, que si l'on soumet le matériau à ce $\sigma_f$, même pendant des temps très longs, il n'y aura jamais de rupture catastrophique ; le $\sigma_f$ ainsi déterminé est appelé "limite de fatigue" ou tout simplement aussi : "fatigue" qui est définie en tant que : "valeur maximale de contrainte que peut subir indéfiniment, sans se rompre, le corps qui la supporte à température constante" (P. DUBOIS, 1963, p. 489).

Signalons toutefois que, selon SLUZKER A. (1970), la moindre tension, même dans le domaine hookéen (provoquant des déformations "instantanées" inférieures à 1 %), conduirait aussi à la rupture, si la durée de maintien sous tension est suffisamment grande ("durées astronomiques") : ce qui ôterait toute signification absolue de la "fatigue" selon P. DUBOIS.

Toujours selon SLUZKER (1970, p. 425 - 426), les chercheurs russes de l'Institut JOFFE sous la direction de S. SCHURKOW auraient montré que si l'on porte les contraintes $\sigma$ en fonction des logarithmes des durées de vie t, on obtient systématiquement pour différentes températures, des droites qui, prolongées, se coupent toutes vers $10^{-13}$ s, c'est-à-dire une valeur de l'ordre de grandeur de la durée des oscillations thermiques des atomes : ceci indique que l'agitation thermique serait bien à l'origine de l'initiation de la fracture catastrophique observée en fatigue statique.

Dans certains cas, au lieu de considérer une contrainte, on étudie les "modules (moyens) de fluage", (all. : Kriechmodul; angl. : creepmodulus) qui sont des modules sécants : $E_K$ définis par $E_K = \sigma/[e(\sigma,T,t)]$ où $\sigma = P/S$ avec : $\sigma$ = contrainte de charge, T = température, t = durée, e = allongement produit au temps t et à la température T par la contrainte $\sigma$, P = charge appliquée fixe et S = section initiale de l'éprouvette. On retrouve généralement des droites en portant log $E_K$ en fonction de log t et l'on vérifie souvent l'équivalence temps-température régie par la relation W.L.F., caractéristique des matériaux viscoélastiques. Habituellement, on ne s'intéresse qu'à l'évolution du module sans chercher de limite de fatigue (voir par exemple : BINDER, TSCHAMLER, 1970).

L'équivalence temps-température suggère aussi que les différents mécanismes de fatigue suivent des processus similaires.

Aussi peut-on étudier la fatigue en prenant la rupture simple comme base de départ comme cela a été le cas pour les théories initiales de la fatigue, qui ont été revues maintes fois (voir par exemple SCHWARZL et STAVERMAN 1956) et n'ont subi que des modifications mineures, des affinements ou des précisions par suite de résultats expérimentaux acquis avec de nouveaux moyens d'investigation.

Ainsi, GRIFFITH (1921) a été probablement le premier à essayer d'aborder l'étude de la fatigue à partir de données expérimentales et calculées : il a en premier lieu essayé de comprendre la rupture simple de fibres de verre. De son travail, il ressort, que la ténacité de fibres de verre augmente avec la finesse. Si l'on tient également compte des résultats obtenus par GOODING (1932), le logarithme de la ténacité du verre diminuerait quasi linéairement avec le logarithme du rayon (du moins dans le domaine de r = 0,001 mm à 1 mm). La valeur maximale de ténacité de l'ordre de $10^9$ - $10^{10}$ dynes/cm2 trouvée par GRIFFITH pour r ≃ 1 micromètre, tout en étant 100 à 1000 fois plus élevée que celle obtenue avec des tiges de verre de plusieurs millimètres de rayon, reste selon l'appréciation de GRIFFITH encore une puissance de 10 fois inférieure à la "ténacité moléculaire". Pour expliquer ceci, GRIFFITH admettait l'existence de défauts à la surface du verre (fissure, manque de matière...) à l'origine d'une rupture locale précoce par accumulation de contrainte.

Selon GORDON (1968, p. 73 - 74) des "whiskers", véritables "cristallites" isolés, auraient cependant des ténacités correspondant à la ténacité moléculaire. Par contre la présence de défauts, d'irrégularités favoriseraient la rupture précoce ; dans ce même ordre d'idée, GORDON rapporte (p. 86 - 87) que le dépôt de couches uniformément déposées sur la surface d'un matériau par sublimation, provoque un affaiblissement plutôt qu'un renforcement du matériau : le dépôt en strates conduirait à une structure "étagée" plus prononcée après dépôt, à l'origine de dislocations favorisant la fracture, en accord avec l'hypothèse de GRIFFITH.

De ces différents aspects, il semble se dégager qu'au moins l'un des mécanismes de la rupture ait pour origine un défaut en surface ; par conséquent la partie périphérique (peau) peut jouer un rôle dans la fatigue.

Ceci n'exclut d'ailleurs pas la possibilité d'autres origines, notamment dans le cas de fatigue dynamique, que nous aborderons maintenant.

## IV - 3. LA FATIGUE DYNAMIQUE.

Suivant ANDREWS (1969), nous définirons la fatigue dynamique par le fait que

1°) la contrainte appliquée est inférieure à celle qui provoquerait la rupture quasi immédiate et que

2°) la contrainte est appliquée périodiquement.

Malgré leurs grandes diversités, toutes les théories de la fatigue dynamique - du moins pour les solides fragiles - admettent que dans une pièce soumise à des sollicitations périodiques apparaissent d'une part des microfissures, qui en se multipliant lorsque les contraintes créées sont supérieures à une limite de fatigue, engendrent des macrofissures menant à la rupture, et d'autre part, des microadaptations (orientations de cristaux, écrouissages, etc...) qui tiendraient un rôle essentiel dans les phénomènes de souscontraintes et de surcontraintes et qui expliqueraient les effets de la fréquence des sollicitations et de la durée des pauses selon SCHÄCHTER (1968).

Ces fissures peuvent se produire n'importe où dans la masse de la pièce.

Selon MARK (1943, 1949) un glissement irréversible serait à l'origine de la fissuration, ce glissement s'effectuant par rupture de liaisons secondaires (interactions Van der Waals et hydrogène, uniquement).

En infirmation de l'hypothèse de MARK, la formation de radicaux libres au cours d'extensions simples ou répétées a été vérifiée de nombreuses fois (ZHURKOV et coll. 1964 ; CAMPBELL et PETERLIN 1968 ; BECHT et FISCHER 1969, 1970 ; BACKMANN et DEVRIES 1969).

Elle signifie qu'il ne peut pas seulement s'agir de ruptures de liaisons secondaires ; de plus les radicaux libres formés par rupture de liaisons de valence sont susceptibles de recombinaison comme l'ont montré SZÖCS, BECHT et FISCHER (1971) : ils ont été frappés par l'analogie entre l'allure de la relaxation mécanique et l'allure de la cinétique de recombinaison.

Signalons, sous toutes réserves, que KOUKINE G. (1969) a noté une augmentation (en fait guère significative) de DP de cellulose après fatigue.

De ce que nous avons vu pour la fatigue statique il ressort que dans le cas de matériau sans défaut, parfaitement cristallin comme les "whiskers" la ténacité correspond à la ténacité moléculaire : la rupture de l'éprouvette ne peut s'initier que par rupture de covalence ou par glissement des chaînes macromoléculaires.

Dès que la taille, le volume de l'éprouvette devient plus important, la probabilité de la présence d'un défaut (ou de plusieurs défauts) croît... et à partir d'un défaut localisé s'initierait le mécanisme de fatigue.

...

Si, d'après GRIFFITH, à l'origine serait essentiellement un défaut superficiel, selon SMITH (1970) (dans sa revue sur le processus de rupture des polymères) l'initiation consisterait en la formation de cavités ou en l'activation de cavités ou de fissures préexistantes... Comme l'ont montré MURRAY et HULL (1969, 1970), la formation de cavités peut avoir lieu à partir de craquelures.

Nous avions vu que l'organisation du domaine amorphe sous l'effet d'une tension devrait provoquer une redistribution des "trous" dans le sens d'une diminution du nombre de petits trous en faveur d'une augmentation de trous plus grands.

Nous avons pu vérifier cette hypothèse, en appliquant la technique dite d'exclusion de soluté (voir Annexe $A_2$) dans le cas de filés de fibres de viscose, avant et après 2000 cycles d'extension à 1,7 % :

Avant fatigue, les pores de moins de 8 Å de diamètre (ne permettant pas l'introduction du glucose) correspondent à 0,686 cm3/g (avec un CV de 3,9 %) et après fatigue ils ne représentent plus que 0,652 cm3/g (avec un CV de 3 %). Par contre les pores de moins de 270 Å (ne permettant pas l'introduction du dextrane T500 de masse molaire 500 000 environ) correspondent avant fatigue à 1,472 cm3/g et après fatigue à 1,525 cm3/g (avec des CV de même ordre).

Ces valeurs correspondent à la quantité d'eau accessible dans la matière gonflée rapportée à la masse anhydre. Si ce gonflement accessible ne constitue pas une mesure directe de la porosité - puisque la fibre est gonflée - l'évolution constatée est significative et semble bien confirmer notre hypothèse. Par application des techniques de SOTTON, sur d'autres fibres (polyacrylonitriles) on observe une évolution dans le même sens (SCHUTZ, SOTTON, à paraître).

Finalement, toutes ces hypothèses se résument en la préexistence
- soit de fissures (angl. : crack) ou de craquelures (angl. : craze) à la surface ;
- soit de failles, de microcavités craquelées ou non, au sein de la masse centrale.

(voir figure 14 page 60).

...

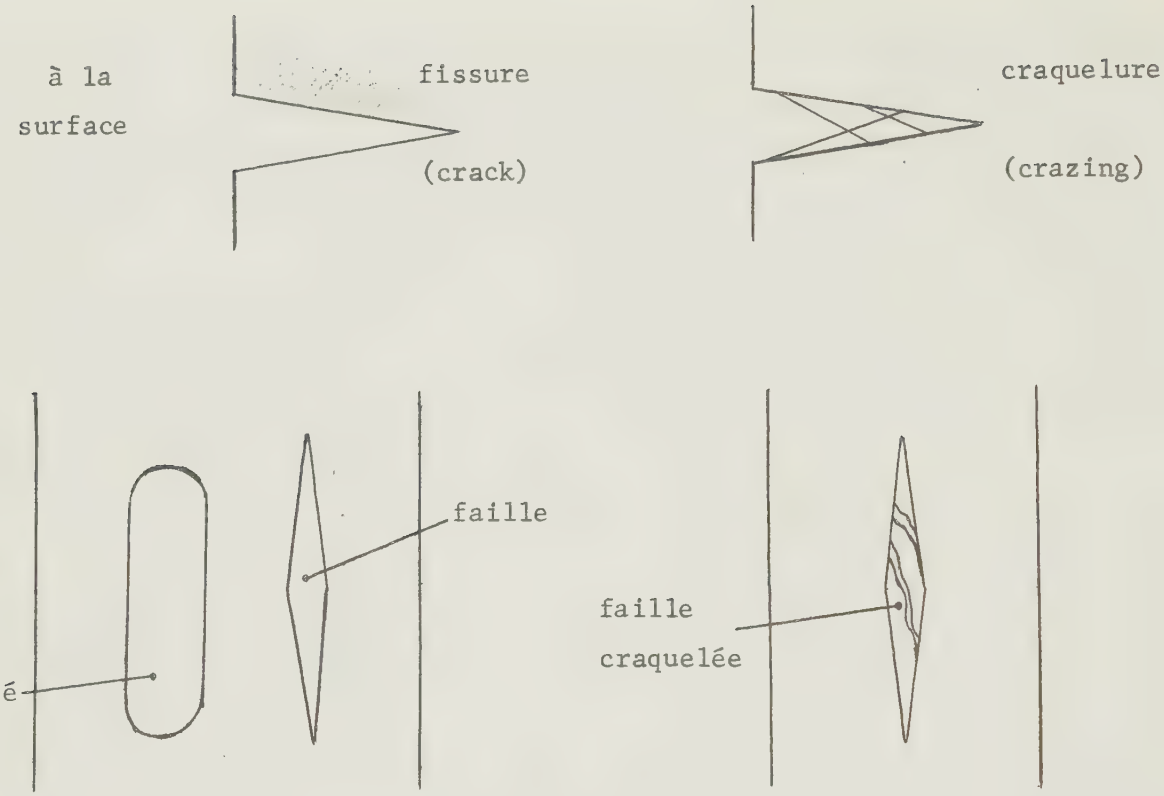



Figure 14

Il s'agit maintenant d'étudier les conditions de croissance des fissures, et des failles et cavités.

Selon MURRAY et HULL (1970) les failles pourraient prendre naissance au sein de failles craquelées, comme ils l'ont montré sur du polystyrène, par rupture covalente de certaines molécules de "fibrillation".

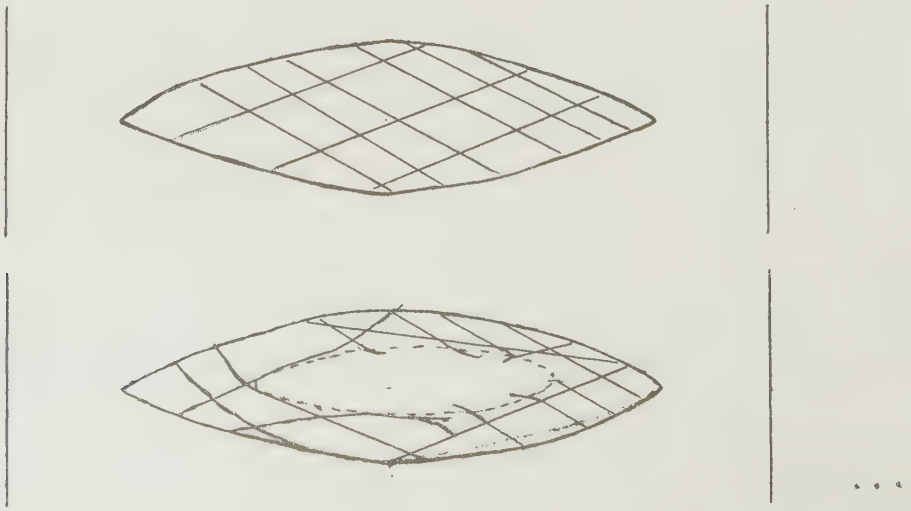


Figure 15

Selon PREVORSEK et LYONS (19 ) la formation de radicaux et leur recombinaison seraient permanentes et d'origine thermique : on observerait, en fait qu'une situation d'équilibre, de régime.

En application de cette théorie, la formation de cavités à partir de cavités craquelées ne serait qu'une question de niveaux de potentiel déplacés par l'effet de contrainte comme nous le verrons plus loin.

Selon HAJMASSY (1968) dans le cas des polymères fibreux, aux sites à défaut correspondent aussi les concentrations de contrainte, à cause desquelles le défaut initial se trouve accentué par suite de cisaillements, ce qui entrainerait un écoulement plastique en rendant le système instable.

SMEKAL (1953) avait attiré l'attention sur le rôle primordial de l'agitation thermique : il admet son incidence dans la phase initiale, qui serait à l'origine de la partie lisse d'une fracture typiquement fragile : le "miroir" de la fracture, et qui se caractérise par une propagation lente au début et peu à peu accélérée. Dans la phase finale de la fracture, la propagation athermique se fait très rapidement à vitesse du même ordre que celle de la propagation des ondes élastiques (en fait : la moitié seulement, et à notre connaissance cela n'a pas encore reçu d'explication satisfaisante) : à cette dernière phase correspondrait la zone grenue de la fracture (fragile) où l'on relève des traces de nombreuses microbifurcations.

Donc selon SMEKAL et comme le confirmentles résultats de l'école russe de l'Institut JOFFE, l'agitation thermique serait à l'origine essentielle de l'initiation : l'effet de la contrainte serait celui d'un activateur, d'un catalyseur. Ceci suggère l'existence d'une énergie d'activation et de barrière de potentiel modifié par la contrainte selon un mécanisme fondé sur la théorie des "Rate Processes" d'EYRING.

C'est ainsi que STUART et ANDERSON (1953 et 1954) ont admis que les états "lié" (1) et "séparé" (2) de molécules se trouvant à l'extrémité d'une faille préexistante, peuvent être représentés par des niveaux de potentiel $E_1$ et $E_2$, (selon la figure 16 page 62).

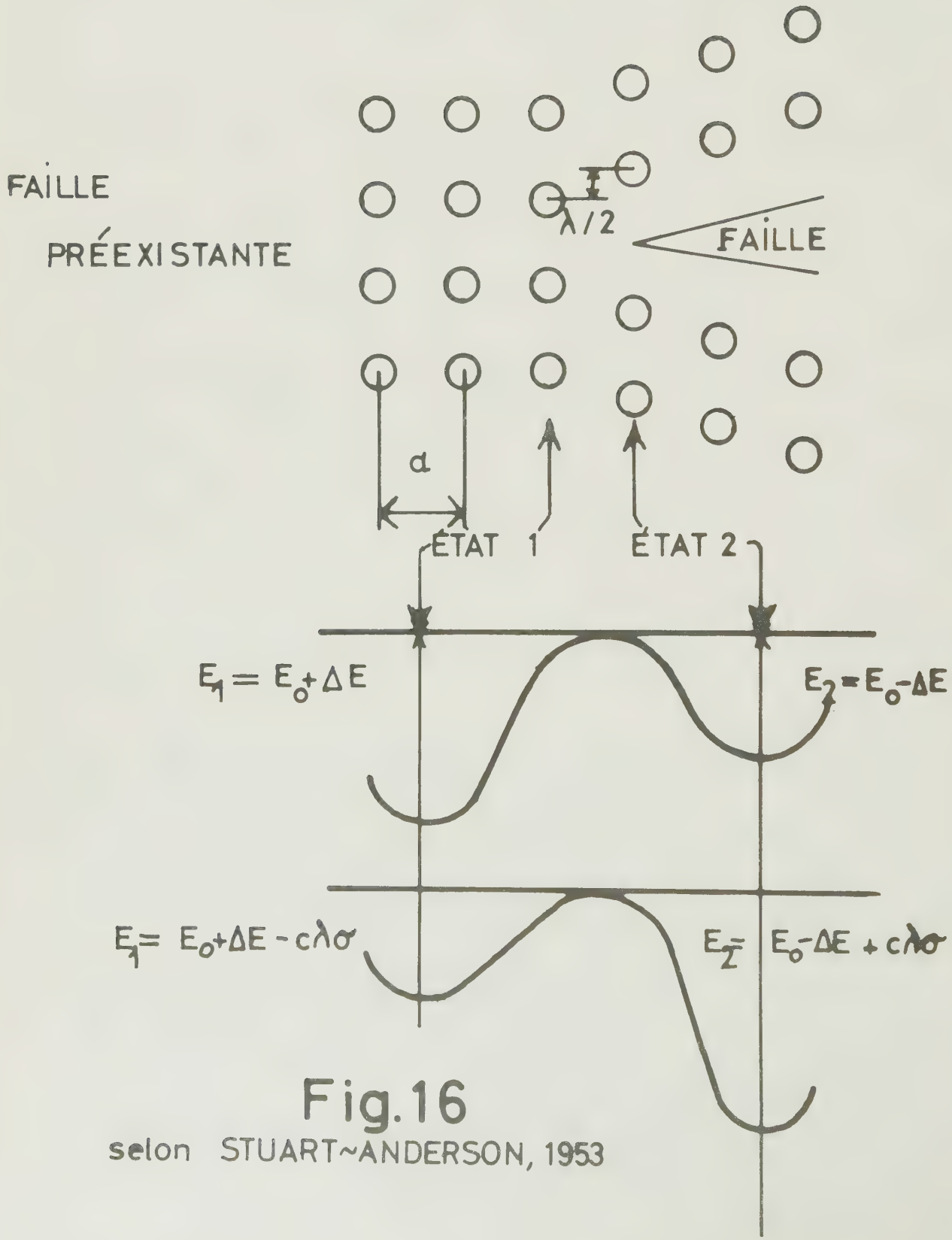



Fig.16
selon STUART~ANDERSON, 1953

Sans contrainte extérieure, le potentiel $E_1$ étant plus bas, il est plus probable, plus stable : pas de propagation de la fissure.

Sous l'effet d'une certaine contrainte $\sigma$, le potentiel $E_1'$ devient plus élevé que $E_2'$, on peut alors calculer la probabilité de passage de 1 à 2 :

$$Pr\ (1,2) = \frac{kT}{h} \left[ \exp\left(\frac{E_o - \Delta E + c\lambda\sigma}{kT}\right) - \exp\left(\frac{E_o + \Delta E - c\lambda\sigma}{kT}\right) \right]$$

ce qui conduit à une vitesse de croissance :

$$\frac{d\ell}{dt} = a\ Pr\ (1,2) = \frac{2\ a\ k\ T}{h} \exp\left(\frac{E_o}{kT}\right) sh\left(\frac{c\lambda\sigma - \Delta E}{kT}\right)$$

$$\text{soit} \qquad = Q\ sh\ (B\sigma - R)$$

Pour le cas d'une fatigue statique avec $\sigma$ = constante, on peut intégrer par rapport au temps :

$$t = \ell\ \frac{1}{Q} \cosh\ (B\sigma - R)$$

Pour $c\lambda\sigma - \Delta E >> kT$ on a $\ln t = \ln\left(\frac{\ell}{Q}\right) - (B\sigma - R)$ et l'on retrouve $\ln t = A - B\sigma$ et qui montre la relation linéaire entre log t et $\sigma$.

Au lieu de considérer comme STUART et ANDERSON que la modification des niveaux de potentiels soit proportionnelle à $\sigma$, on peut admettre avec SCHWARZ et STAVERMAN (1956, p. 194) que cette modification soit proportionnelle à l'énergie de déformation élastique : $(\sigma^2/2E)$ avec E, module d'élasticité, pour tenir compte de l'incidence de la condition d'élasticité.

Toutefois, ces développements ne tiennent pas compte de la répartition des contraintes.

Aussi une autre tentative a été faite par GOLDSTEIN (1966) ; il modifie l'équation d'EYRING pour tenir compte du fait qu'un réarrangement local change la répartition de la contrainte et en ne supposant pas que le réarrangement supprime les contraintes ultérieures sur les molécules concernées comme l'admet COLEMAN (1956).

GOLDSTEIN suppose, qu'initialement toutes les molécules supportent également la contrainte $\sigma$, ou du moins qu'un régime stationnaire est établi pour lequel le nombre de groupes moléculaires supportant $\sigma$ au temps t reste constant ; dans un intervalle de temps dt, quelques éléments sont réarrangés et se trouvent soumis à une valeur réduite de $\sigma$, tandis que d'autres le sont à une valeur plus forte que $\sigma$. Pour l'exploitation de cette hypothèse de départ il faut tenir compte :

du caractère tensoriel tridimensionnel de la distribution des contraintes, donc du champ des contraintes et du fait qu'après réarrangement, la configuration moléculaire locale ne peut être identique ou similaire à la précédente ; enfin il ne faut pas oublier que même sans application de contrainte extérieure tous les éléments ne sont pas dans le même état de contrainte.

Pour arriver à une équation utilisable il admet en outre les simplifications suivantes :

- tous les éléments sont de même surface sectionnelle a,

- ils se trouvent sur des plans perpendiculaires aux contraintes décrites par une grandeur scalaire $\sigma$ ; la moyenne des $\sigma$ dans une section unitaire correspond à la contrainte extérieure $\Sigma$. Il arrive à l'équation donnant la probabilité de réarrangements :

$$C \exp(-E/kt)\ \mathrm{sh}\ (\sigma V/kT) = A\ \mathrm{sh}\ (\sigma v/kT)$$

où : v a la dimension d'un volume, et C celle d'une fréquence ; E est l'énergie d'activation supposée indépendante de la température.

Etant donnée l'importance de la valeur de $(\sigma v/kT)$ il approxime sh par l'exponentielle.

En posant la valeur initiale du nombre d'éléments supportant la contrainte $\sigma$ au temps t : $n(\sigma,t) = No\ \delta(\sigma - \Sigma/No)$ où No = nombre total d'éléments par unité de section, $\delta$ = fonction delta de Dirac, il obtient pour gradient de déformation $d\varepsilon/dt$ :

$$d\varepsilon/dt = \int_0^{\infty} n\ A \exp(\sigma V/kT)\ d\sigma$$

Admettant une contrainte constante $\Sigma$, il déduit :

$$\frac{\partial n}{\partial t} = \delta(\sigma) \int_0^{\infty} n\ A \exp(\sigma V/kT)\ d\sigma - n\ A \exp(\sigma V/kT) - [(1/No) \int_0^{\infty}\sigma n\ A \exp(\sigma V/kT)d\sigma]\frac{\partial n}{\partial \sigma}$$

La complexité d'une telle équation, déjà fortement simplifiée, peut décourager la poursuite dans cette voie.

Néanmoins, cette relation permet d'expliquer plusieurs phénomènes : Ainsi, si E peut changer après réarrangement, on aura

- soit E augmentant, donc un raidissement, une diminution des probabilités de mouvement ;

- soit E diminuant, donc un ramollissement, semblable à une plastification, une facilité de mouvement.

Par ailleurs, en faisant $\frac{\partial n}{\partial t} = 0$ et en composant $\dot{\varepsilon}_\infty = \frac{d\varepsilon}{dt})_\infty^{(final)}$ à $\dot{\varepsilon}_o = \frac{d\varepsilon}{dt})_o^{(initial)}$ on arrive à :

$\dot{\varepsilon}_\infty / \dot{\varepsilon}_o \simeq (kT/\Sigma V) \exp (\Sigma V/kT)$

Tant que $\Sigma V/kT$ reste petit, l'accélération sera pratiquement proportionnelle à la température; si $\Sigma V/kT$ est nettement plus grand que 1, on aura affaire à une accélération énorme du mouvement.

Ces deux cas correspondraient aux 2 phases "thermique" et "athermique" de SMEKAL.

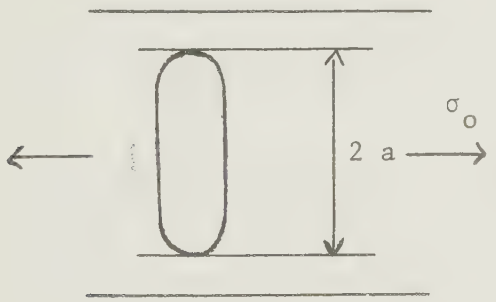
Si l'on admet la formation de cavités vides à partir de failles craquelées, qui existent effectivement dans les textiles comme on a pu le voir par microscopie électronique - la rupture des liaisons de covalence de macromolécules peut s'expliquer aussi par l'effet de déperdition d'énergie mécanique : cette déperdition se traduit par la libération de calories, qui dans la masse peu conductrice, ne sont pas évacuées au fur et à mesure qu'elles sont produites.

Effectivement, même si les mesures rigoureuses et exactes sont délicates, l'élévation de température au cours de fatigues dynamiques a été maintes fois signalée, (voir par exemple : TAUCHERT et AFZAL, 1967). ANDREWS (1969) constate que la moitié de l'élévation $\Delta T$ de température est pratiquement atteinte entre 8 et 12 minutes de fatigue dynamique, quelle que soit cette élévation de température (qui dépend évidemment de la déperdition d'énergie, donc de l'amplitude des contraintes et de la fréquence de la sollicitation répétées). Comme les effets de contraintes s'accumulent aux zones frontières donc au niveau des failles craquelées, l'apport d'énergie thermique locale devrait suffire à la rupture des liaisons de covalence.

Une autre approche peut être faite selon les hypothèses de départ de GRIFFITH (1921) : par le "bilan énergétique" (energy balance) suivant lequel il y a augmentation de la faille ou de la fissure, lorsque la perte d'énergie élastique stockée, occasionnée par la croissance, dépasse l'énergie superficielle de la nouvelle surface créée soit :

$\frac{\partial W}{\partial A} \geq S$ où W est l'énergie élastique stockée et A la surface de la faille, et S son énergie superficielle.

Pour estimer cette perte d'énergie élastique, GRIFFITH avait imaginé de fatiguer deux plaques de matériau d'épaisseur unitaire (pour pouvoir calculer dans 2 dimensions) dont l'une seulement avait un trou elliptique de longueur = 2 a.




La différence de l'énergie de déformation de ces plaques correspond à

$$-\frac{\partial W}{\partial A} = \frac{\pi\ \sigma_o^{\ 2} a}{2\ E} = \pi\ a\ \omega \qquad \text{(Rel. 22)}$$

où $\sigma_o$ représente la tension uniaxiale nominale perpendiculaire à la faille et E le module d'Young du matériau et $\omega$ le travail élastique : $\omega = 1/2\ \sigma\ (\sigma/E)$.

La fracture ne peut se faire que si

$$\frac{\pi\ \sigma_o^{\ 2}\ a}{2\ E} \geq S$$

ce qui permet d'atteindre un $\sigma_c$ critique

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{2\ E\ S}{\pi a}} \qquad \text{(Rel. 23)}$$

nécessaire pour la création d'une nouvelle surface, c'est-à-dire pour la propagation rapide de la faille. En-dessous de $\sigma_c$ il ne peut y avoir qu'une éventuelle lente propagation d'origine thermique, et au-delà de $\sigma_c$, on aura une propagation catastrophique athermique.

RIVLIN et THOMAS (1953) ont considéré comme modèle une feuille entaillée sur un bord (macrofissure artificielle) et soumise à une traction perpendiculaire à l'entaille par l'intermédiaire de pinces.

Pour que l'entaille initiale de longueur C puisse croître de $\Delta C$, il faut fournir un travail $\Delta W$.

Le travail de rupture : $-\Delta W$ correspond au volume de matériel "perdu" multiplié par la densité d'énergie stockée dans cette région w, soit :

$-\Delta W = \ell\ .\ h\ \Delta C\ w$ où $\ell$ est l'intervalle entre pinces, h est l'épaisseur et w cette densité d'énergie.

Le produit $\ell$ h est constant (on admet une déformation à volume constant) et comme la nouvelle surface engendrée est :

2 h $\Delta c$ , il vient : $-\frac{\Delta W}{\Delta A} = \frac{w\ell}{2}$

A la limite $\Delta c \to dc$ ($\to$ o) et l'on a alors :

$$-\frac{\partial W}{\partial A} = \frac{w\ell}{2} \qquad \text{(Rel. 24)}$$

D'une façon générale, ces auteurs ont montré que si c est l'entaille initiale et w la densité d'énergie stockée en extension, on a :

$$-\frac{\partial W}{\partial A} = Kcw \quad \text{où K est une constante} \qquad \text{(Rel. 25)}$$

par analogie avec la relation 22, K serait identique à $\pi$ selon GRIFFITH pour la faille elliptique.

Cette relation 25 affranchit de la notion d'énergie superficielle et prend un caractère plus général de cette description à deux dimensions du critère de GRIFFITH, car avec la notion d'énergie superficielle, cela supposerait que si la contrainte est inférieure à la contrainte-seuil la fissure aurait tendance à se refermer, à "guérir" et théoriquement après un repos suffisant il ne devrait plus y avoir de "trou " préexistant.

A la suite des travaux fondamentaux de GRIFFITH et de RIVLIN et THOMAS sur la croissance des failles, plusieurs auteurs ont tenté de généraliser les solutions de ce problème.

Ainsi SNEDDON (1969) a précisé systématiquement le formalisme mathématique correspondant aux concepts de GRIFFITH en tenant compte de l'aspect tridimensionnel d'une faille et pas seulement bidimensionnel comme l'avait fait GRIFFITH par souci de simplification. SNEDDON a dressé un catalogue de différents modèles mathématiques de failles elliptique,cylindrique ou encore sous forme de disque, en "silhouette de penny" (angl. :"penny shape") etc, compte-tenu de la forme du solide contenant la faille.

Mais toutes ces expressions conduisent à la même conclusion d'une contrainte-seuil nécessaire au développement de la faille et nous ne nous y attarderons pas.

KEY (1969) a recherché une relation entre le taux G de relaxation de l'énergie de déformation et les déplacements des surfaces d'une fissure en extension dans un élément élastique et sous tension. Il montre que G peut être exprimé

sous forme d'un volume de fissure déformée pour autant que les contraintes aux surfaces de rupture soient uniformes. La forme initiale de la faille a une très grande importance pour la propagation préférentielle soit en diamètre, soit sous forme elliptique constante. Il est à noter que le critère de rupture calculé à partir du taux G de relaxation de l'énergie de déformation donne une contrainte-seuil plus élevée que celle déduite du facteur d'intensité de contrainte.

Toutefois si toutes ces théories ont permis d'atteindre l'ordre de grandeur des contraintes-seuils valable pour le cas des métaux notamment, il n'en est pas de même pour les polymères.

En effet HERTZBERG, NORDBERG et MANSON (1970) ont montré que dans les cas du nylon, du polycarbonate, de la résine acrylonitrile - butadiène - styrène ABS, du polyéthylène - de basse densité et du polyméthacrylate de méthyle, qu'il y avait une bonne corrélation entre la vitesse de propagation de fissure et le facteur d'intensité de contrainte $\Delta K$* : au sommet de la fissure. Mais si les métaux présentent pour un même facteur d'intensité de contrainte, des vitesses de croissance en rapport avec leur module élastique (statique) il n'en est pas de même pour les polymères, où les vitesses peuvent varier de $10^3$ à $10^4$ tandis que leurs modules respectifs ne diffèrent de loin pas autant.

Ces auteurs attribuent cette divergence à une mobilité moléculaire plus grande et à une dissipation d'énergie plus faible dans le cas des polymères par rapport à ce qui passe pour les métaux.

D'une façon générale, toutes ces théories s'appuient sur l'hypothèse d'un milieu élastique continu et homogène, et comme le soulignent ANDREWS et WALKER (1971), l'avantage d'un tel traitement (mathématique) est de s'affranchir des détails structuraux, car toutes les expressions données se résument dans une formulation de la croissance des failles :

$$\frac{dc}{dN} = f(I) \qquad \text{(Rel. 26)}$$

* ($\Delta K = \Delta \sigma \sqrt{\pi a}\ f(a/b)$
où $\Delta\sigma$ = contrainte globale ; a = longueur de la fissure ; b = "diamètre" de la fissure ; f (a/b) facteur de forme de la fissure.

...

$\mathcal{I}$ étant un "paramètre de la mécanique de fracture" qui décrit soit le champ de contraintes au sommet de la fissure, soit l'énergie nécessaire à la propagation. Une forme plus explicite de f ($\mathcal{I}$) est donnée par

$$f(\mathcal{I}) = B \cdot \mathcal{I}^n \qquad \text{(Rel. 27)}$$

vérifiée par l'expérience et où les constantes B et n caractérisent le matériau et les conditions de la fatigue.

(C'est ainsi que pour un solide viscoélastique idéal, nous avions $-\frac{\partial W}{\partial A} = \mathcal{I} \equiv KC\ w_o$ , voir relation 25).

ANDREWS et WALKER (1971) pensent également qu'il faudrait tenir compte du fait que la fracture se propage selon des surfaces de dislocation privilégiées telles que les interfaces entre sphérulites notamment et par conséquent les conditions régnant à ces interfaces régiraient les valeurs de B et n.

Tout récemment PREVORSEK (1971) a abordé le problème dans le cas de fibres, en essayant de tenir compte des connaissances structurales, notamment concernant leur caractère semi-cristallin, c'est-à-dire d'un système à 2 phases. Son travail fondamental (qui abonde dans notre sens) mérite d'être considéré de plus près : Les comportements mécaniques des fibres dépendent des réponses de chacune des deux phases cristalline et amorphe et de l'interface.

Par les données cristallographiques il est possible d'estimer les propriétés de la phase cristalline et par un bilan de déduire la contribution amorphe.

Ainsi, on peut calculer la ténacité d'une substance macromoléculaire composée d'un polymère monodispersé si on admet les chaînes dépliées : la ténacité augmente de façon monotone avec le degré de Polymérisation.

Mais si les chaînes peuvent se replier avec l'augmentation du DP, on observe un maximum de ténacité : ce qui signifie qu'en plus de la cohésion interchaîne le repliement intervient et que le maximum de ténacité observé correspond à la longueur des tronçons de chaîne non repliés.

La formation de "bandes de contraintes" sans allongement (FORD, 1963) révèle l'hétérogénéité du système fibreux, et selon le cas les cavités et fissures existantes sont de deux natures : les "stables" qui nécessitent un apport d'énergie pour croître et les "métastables" qui peuvent croître spontanément. La vitesse de propagation pour les "métastables" est de beaucoup supérieure à celle des stables,

ce qui implique que le temps de formation d'une faille métastable est bien supérieur au temps de croissance, et par conséquent la ténacité ou la durée de vie dérivent des expressions donnant le temps nécessaire à la formation de faille métastable.

Les conditions de stabilité (ou de dimension critique) dépendent de paramètres en relation avec la structure moléculaire, le module élastique, de l'énergie des plus faibles liaisons ainsi que de l'énergie de surface de la fracture. Déjà ZHURKOV et TOMASHEVSKY (1966) avaient donné une expression générale de la durée de vie $\tau$ sous tension $\tau = \tau_o \exp (U_o - \gamma\sigma/kT)$, où k est la constante de Boltzmann, $U_o$ l'énergie d'activation du processus de fracture, $\tau_o$ la période d'oscillation des atomes, $\sigma$ la tension appliquée et $\gamma$ un terme dépendant de la structure, mal défini en fait.

PREVORSEK admet une section circulaire de la faille, plate et qui se développe normalement aux tensions : l'énergie libre $\Delta f_r$ associée à la formation d'une faille de rayon r est donnée d'après SACK (1946), par :

$$\Delta f_r = 2 \pi r^2 \rho - \frac{8 (1 - \mu^2) r^3 \sigma^2 q^2}{3 E} \qquad \text{(Rel. 28)}$$

où : $\rho$ est l'énergie spécifique définie comme travail nécessaire pour former une surface unitaire d'un matériau (fragile) par clivage en deux plans de surfaces demi-unitaires, $\sigma$ est la contrainte appliquée, $\mu$ le coefficient de Poisson, q le facteur de concentration de contraintes, et E le module d'Young.

$\Delta f_r$ en f (r) présente un maximum avec un rayon critique

$$r' = \frac{\rho E}{2 (1 - \mu^2) q^2 \sigma^2} \qquad \text{(Rel. 29)}$$

dès que r devient supérieur à r', la faille devient métastable et la fracture croît catastrophiquement.

PREVORSEK en déduit la durée de vie $t_v$ pour une mise sous tension constante :

$$t_v = \frac{h}{kTZV} \exp \left\{ \frac{1}{kT} \left[ \Delta f_r + \Delta F^* - \frac{v q^2 \sigma^2}{2 E} \right] \right\} \qquad \text{(Rel. 30)}$$

expression dans laquelle k et h sont les constantes de Boltzmann et de Planck, T la température absolue, Z la concentration en sites favorables à la formation de failles, V le volume de la fibre, $\Delta F^*$ l'énergie libre d'activation associée à la croissance de la faille, v est le volume effectif des trous formés par la rupture d'une chaîne.

...

Mais il précise que la détermination du module E ne peut être faite simplement à partir du domaine cristallin mais aussi en tenant compte de l'association des phases amorphe et cristalline en série ou en parallèle ou en combinaison série-parallèle en utilisant les modèles de TAKAYANAGI (1963).

En ce qui concerne la concentration en sites Z, il estime qu'elle est proportionnelle au nombre de cristallites.

De résultats expérimentaux obtenus sur Polyamide 6 et sur Polytéréphtalate d'éthylèneglycol où il a pu confronter les prévisions théoriques et les propriétés réelles, et il en déduit un modèle structural de fibres comprenant des cristallites de longueur sensiblement égale à la largeur composés de macromolécules repliées séparés dans le sens de l'orientation des cristallites par des domaines amorphes désordonnés et plus ou moins reliés latéralement par des molécules non repliées (voir figure 17 ), qui ne sont pas parfaitement parallélisée constituant cette interface particulière.

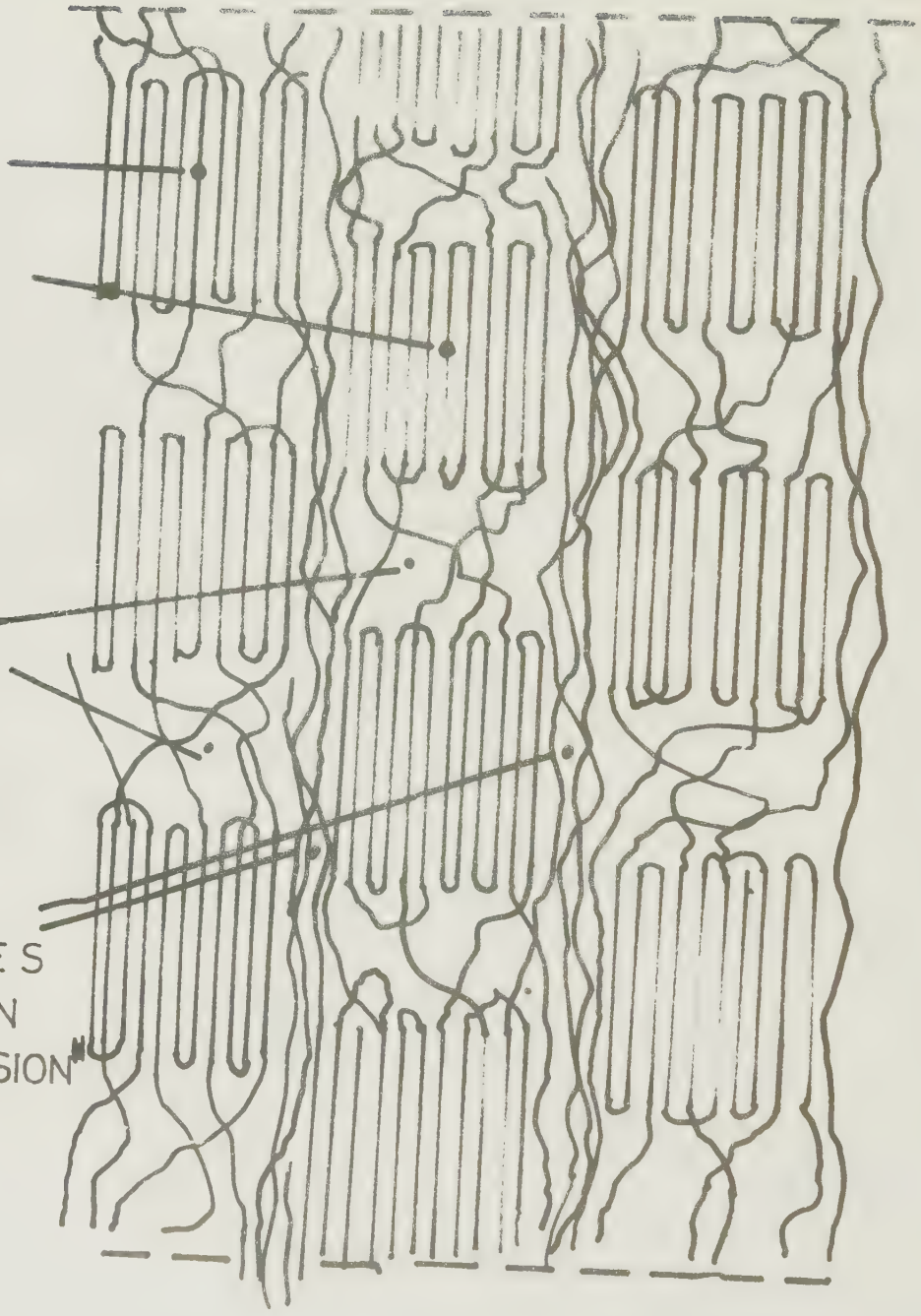
Ce modèle à deux phases de PREVORSEK n'est pas en contradiction avec les conclusions de la nécessité d'une certaine contrainte pour la croissance catastrophique d'une faille ou d'une fissure, mais explique que le maximum de ténacité est régi par le domaine interfacial.

Quel que soit le modèle considéré, on arrive à la conclusion que la contrainte-seuil régit l'évolution de la fracture. En d'autres termes, l'allure de comportement à la fatigue dépend fortement des conditions de sévérité de la sollicitation.

Une autre façon d'aborder ce problème de la fracture par fatigue est l'approche statistique. On peut penser à une répartition de défauts préexistants, ainsi qu'à une évolution probabiliste plus ou moins pondérée...

Toutefois les traitements classiques supposent une homogénéité de matière et considèrent que chaque volume unitaire est semblable à tout autre. Mais pour les fibres textiles, ce n'est pas le cas, aussi aborderons-nous l'aspect statistique du problème d'une autre manière au chapitre VI.

...




D'APRÈS :

PREVORSEK J. POLYM. SC. SYMP. N°32 343-374 (1971)

Fig. 17

## IV - 4. CONCLUSIONS.

Avant de tirer les conclusions, nous récapitulerons les faits de manière plutôt qualitative.

### IV - 4. 1. En ce qui concerne la nature de la fatigue :

Qu'elle soit statique ou dynamique, que la sollicitation soit de n'importe quel ordre, la fatigue se manifeste par une fracture : on y distingue successivement une phase d'initiation, une phase de croissance relativement lente puis une phase de croissance très rapide vers la catastrophe.

### IV - 4. 2. En ce qui concerne l'initiation :

Si l'initiation semble bien être d'origine thermique, le démarrage se fait :

- à partir d'une fissure superficielle préexistante ;
- à partir d'une microcavité préexistante ;
- à partir d'une microfaille formée par regroupements de "petits trous" en"grands trous" ;
- à partir de microfailles craquelées.

### IV - 4. 3. En ce qui concerne la croissance :

Elle est régie par le "critère de GRIFFITH" selon lequel il faut que les contraintes qui s'exercent au niveau des sommets des failles et fentes dépassent une valeur critique.

Si l'on tient compte de la structure particulière des textiles, il serait surprenant qu'une fissure, dans la périphérie donc, qui peut se développer facilement dans le sens radial étant donnée l'orientation initiale des molécules, donne une même cinétique de fracture qu'une microfaille craquelée orientée longitudinalement, formée par réarrangement de l'orientation dans le domaine amorphe, au centre de la fibre.

...

Si l'on peut admettre plusieurs cinétiques, plusieurs mécanismes, il est également fort probable que les contraintes critiques correspondant aux différents mécanismes ne soient pas identiques... Ceci laisse aussi supposer, en conséquence, que selon les conditions de sollicitation, et du fait de la répartition variable des contraintes selon les déformations et glissements qu'elles engendrent, les différents mécanismes ne répondront pas dans le même ordre. On comprend alors pourquoi des essais de simulation de fatigue effectués à l'aide de divers appareils conduisent à des classements différents de textiles à comparer.

C'est pourquoi il est indispensable de pouvoir définir la "sévérité" d'une sollicitation afin de permettre la comparaison à sévérité identique.

Dans cette optique, nous examinerons d'abord les techniques usuelles de fatigue dans le domaine textile.

---

# V - METHODES ET APPAREILS DE FATIGUE TEXTILE

## V - 1. AVANT-PROPOS.

Il n'est peut-être pas inutile de préciser le problème textile.

En effet, en textile, à part quelques relativement peu fréquentes exceptions d'utilisation de "monofilaments" ou de "crins", on a affaire généralement à des assemblages de fibres.

Classiquement, ces assemblages sont présentés sous forme de fils ou filés, réunis en bonneterie ou au tissage par des techniques d'enchevêtrement assurant leur liage.

Depuis quelques années, on fabrique aussi des nappes de "non-tissés", en utilisant diverses techniques de préparation et de liage par collage, couture, etc...

Néanmoins le "fil" peut encore être considéré comme l'assemblage de fibres-type pour servir de référence de base pour une étude fondamentale de la fatigue des textiles : le "monofilament" ou le "crin" ne constituant qu'un cas particulier.

Bien entendu, dans le cas d'une étude au porter d'un article textile, il faudrait considérer la présentation de l'étoffe (tissu, tricot, non tissé). Toutefois le problème fondamental de la tenue à la fatigue ne réside pas dans la présentation textile, mais plutôt dans la manière, la méthode d'aborder et de résoudre rationnellement ce problème. C'est pourquoi les considérations de ce chapitre seront volontairement limitées au cas des "fils".

Le problème de la simulation en laboratoire de comportements en fabrication (filature, tissage et bonneterie...) ou à l'usage ("au porter"...) a incité de nombreux chercheurs et constructeurs à concevoir des appareils devant reproduire telle ou telle autre fatigue. Les abrasimètres (pour fils et étoffes) et les extenseurs à répétition (fibres, fils) en constituent la plus grande partie.

Dans le cadre d'une "étude systématique de l'encollage" que nous poursuivons depuis 1950 au Centre de Recherches Textiles de Mulhouse affilié à l'Institut Textile de France, pour pouvoir :

...

1°) définir ce que doit apporter cette technique d'apprêt des fils qu'est l'encollage en vue de les rendre mieux aptes à subir les sollicitations de tissage (abrasions et extensions répétées) puis

2°) mesurer les améliorations de qualité, de "tissabilité" conférées par l'encollage,

nous avons eu l'occasion de procéder à une revue bibliographique critique tant des principaux appareils que des diverses méthodes d'utilisation et d'interprétation. L'essentiel de ces analyses a fait l'objet d'une série de publications importantes, et que nous rappellerons ci-après :

Etude de l'abrasion des fils et filés.
1 : revue des appareils et méthodes.
(14e Comm. de la Contribution à l'étude systématique de l'encollage)
R.A. SCHUTZ et S. HUNZINGER
Bull. de l'Inst. Text. de France n° 104 janv-févr. 1963, p. 51 - 101.

Etude de l'abrasion des fils et filés.
2 : examen de modèles théoriques.
(17e Comm. de la Contribution à l'étude systématique de l'encollage)
R.A. SCHUTZ et P.E. EXBRAYAT
Bull. de l'Inst. Text. de France n° 129 mars-avril 1967, p. 255 - 271.

Etude des extensions répétées des fils et filés.
1 : revue des appareils et méthodes.
(16e Comm. de la Contribution à l'étude systématique de l'encollage)
R.A. SCHUTZ et S. HUNZINGER
Bull. de l'Inst. Text. de France n° 126 sept.-Oct. 1966, p. -
et n° 127 nov. -déc. 1966, p. -

Signalons en outre, une autre revue sur ces thèmes, complémentaire aux nôtres en ce qui concerne les travaux et expériences en U.R.S.S., effectuée par notre collègue et ami le professeur KOUKINE de Moscou :

...

Pribori dlia ispytania tekstilnyk materialov na oustalost
(en fr. : Appareils pour les épreuves de matériaux textiles à la fatigue)
KOUKINE G.N. et NOSSOV M.P.
Guizlegprom (Moscou), 1959

Ainsi que sa conférence au 1er Symposium International de la recherche textile cotonnière (SIRTEC) à Paris (avril 1969) :

Les extensions répétées des fils du coton.
KOUKINE G.N.
P. 361 - 377 du Compte-Rendu SIRTEC.

Nous ne reprendrons plus ces travaux ici par le détail, mais nous en dégagerons l'essentiel dans les paragraphes suivants.

## V - 2. ABRASION "TEXTILE" ET ABRASIMETRES.

### V - 2.1. Introduction.

Par "abrasion", on entend un frottement qui "use" l'éprouvette soumise à cette sollicitation en éliminant une partie de la masse de matière.

Dans le cas d'un "crin" unique, on peut avoir affaire à une abrasion "pure", localisée ; définie par une élimination progressive de la matière jusqu'à disparition : le travail d'abrasion correspond donc au travail d'extraction régi par la cohésion interne, mais dont l'évaluation directe reste délicate.

Indirectement l'usure peut être évaluée par l'affaiblissement local qu'elle provoque : perte de résistance caractéristique.

Dans le cas d'un filé de fibres (discontinues), suivant la cohésion interfibres (régie par l'effet de pression centripète de la torsion, le coefficient de frottement et la surface de contact des fibres) l'abrasion aura pour effet plus ou moins prépondérant un décollement partiel d'une fibre : la réduction des points de contact avec les autres fibres, entraîne une diminution de la cohésion et ainsi, l'effort nécessaire à la libération de la fibre devient très

...

faible ; la fibre sera déplacée et peut former un "bourron", un amas à l'extrémité de la zone active d'abrasion. L'élimination d'une première fibre favorise l'extraction des autres, et très rapidement la place faible se rompt sous les contraintes de tension accompagnant obligatoirement l'abrasion : nous appellerons : "abrasion par glissement", ce mode d'usure, d'enlèvement de matière (fibre).

L'arrachage de la première fibre se fait selon un processus plutôt lent ; par contre, après création de la place faible, zone d'accumulation des contraintes, la rupture s'effectue selon un processus accéléré : ces deux cinétiques rappellent celles suivant les mécanismes thermique et athermique de la rupture selon SMEKAL, ce qui suggère que l'abrasion d'un filé s'insère bien dans le cadre général de la fatigue.

En pratique, on aura affaire aussi bien à l'abrasion "pure" qu'à l'abrasion "par glissement".

### V - 2. 2. Sévérité de l'abrasion.

Un autre point dont il faut tenir compte est celui de la sévérité d'une abrasion.

Au chapitre précédent nous sommes parvenus à la conclusion qu'il était nécessaire de travailler à un niveau de sévérité bien défini pour permettre les comparaisons.

Ce niveau de sévérité est théoriquement définissable par la "géométrie" de la sollicitation (angles d'attaque...), par l'histoire de la répartition des contraintes à chaque cycle, par les états de surface de l'abrasif et de l'abrasé, et par la fréquence.

En fait, il apparaît qu'au fur et à mesure que l'usure progresse, tous ces paramètres évoluent selon des cinétiques propres : c'est aussi une des raisons pour lesquelles la plupart des essais comparatifs de classement avec divers appareils pourtant réglés initialement selon les mêmes prétension, pression de l'abrasif, amplitude et fréquence, donnent des résultats différents.

...

V - 2. 3. Construction d'un abrasimètre.

Pour tourner cette difficulté nous avons construit un abrasimètre effectuant l'usure (quasi)-simultanée des différents types de fils dont nous voulons comparer la tenue à cette fatigue. Ainsi, si l'on a affaire à trois catégories A, B et C, on place les fils dans l'ordre : $A_1$, $B_1$, $C_1$, $A_2$, $B_2$, $C_2$, $A_3$, $B_3$, $C_3$ etc... à intervalles réguliers. L'abrasif : une lame d'acier orientée perpendiculairement aux fils, effectue un mouvement oscillant dans le sens des fils, mais est déplacé à chaque cycle d'un intervalle A-B, B-C, puis revient à sa position première. De cette façon, chaque catégorie de fil est en contact avec une position de l'abrasif qui vient d'user les 2 autres catégories de fils.

(voir figure 18 page 80)

Le premier modèle que nous avons construit a une capacité de 3 x 30 fils tandis que le second de 3 x 50 fils. Ce dernier est équipé en outre d'un dispositif d'enregistrement original : chaque fil non rompu maintient une petite bille d'acier de 2 mm de diamètre ; si le fil casse la bille n'est plus retenue et tombe dans un tube translucide correspondant à une classe de cycles donnée : l'importance de chaque classe déterminée par la durée est définie par un programme sur bande magnétique selon la loi de progression que l'on peut choisir et changer à volonté : le plus souvent on prend une progression géométrique dont on varie la raison : dans ce cas, on obtient en fin d'essai, un histogramme des casses en fonction du logarithme du nombre de cycles correspondant. Ce système est monté pour chacune des catégories de fils à comparer et donne un triple histogramme.

De cette manière il est possible d'obtenir des classements reproductibles d'une série d'essais à l'autre, malgré l'évolution de l'état de surface de la lame abrasive, que l'on choisit très dure. Nous présenterons le mode d'exploitation des résultats que nous avons mis au point au chapitre suivant.

## V - 3. EXTENSIONS REPETEES ET EXTENSEURS.

V - 3. 1. Introduction.

Les essais d'extensions répétées peuvent être extrêmement variés et selon WINKLER (1962) comportent quatre possibilités fondamentales d'étude du

...

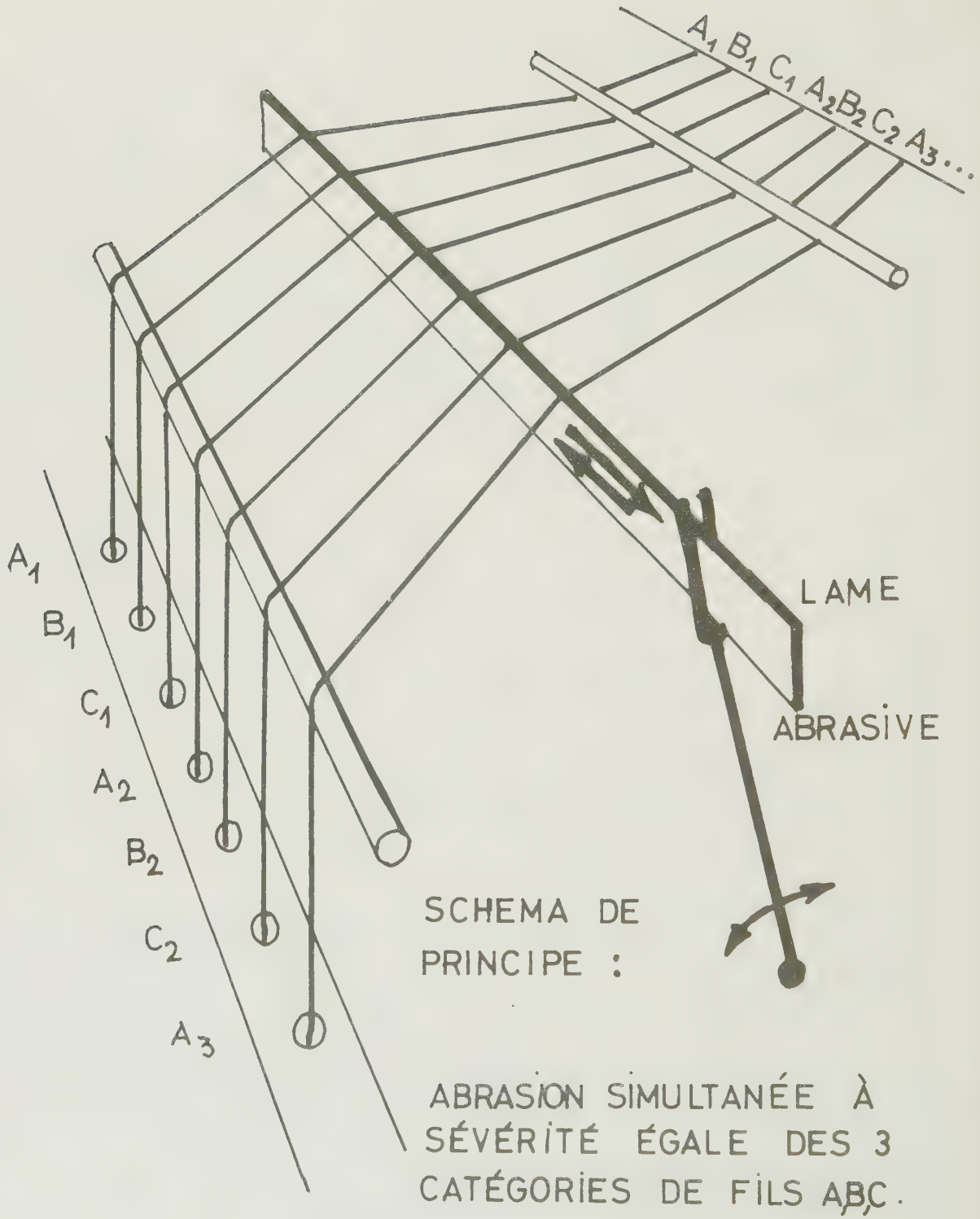

A1 B1 C1 A2 B2 C2 A3 ...
A1
B1
C1
A2
B2
C2
A3
LAME
ABRASIVE
SCHEMA DE PRINCIPE :
ABRASION SIMULTANÉE À SÉVÉRITÉ ÉGALE DES 3 CATÉGORIES DE FILS A,B,C.

Fig.18

comportement élastique consistant à soumettre l'éprouvette :

- à des charges répétées croissantes, voire à des charges répétées constantes, alternant dans les deux cas, avec des décharges jusqu'à une limite inférieure de charge constante ;

- à des allongements répétés croissants voire à des allongements répétés constants, alternant dans les deux cas, avec des relaxations jusqu'à une limite inférieure constante d'allongement.

(voir figure 19 figure 82)

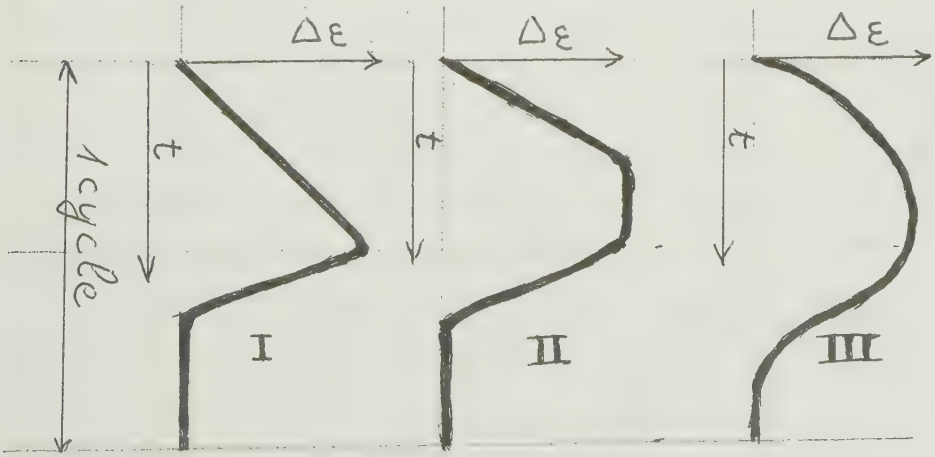
Toutefois,pour relaxer la matière jusqu'à une limite inférieure constante d'allongement il faut choisir une valeur assez élevée pour cette limite, et cependant il n'est guère possible de la maintenir, car après quelques cycles déjà, la charge devient nulle avant qu'elle ne soit atteinte. Ainsi à une limite supérieure constante (ou variable) d'allongement, correspond pratiquement une limite inférieure de charge constante. Aussi est-il nécessaire

soit de procéder à un allongement préliminaire non négligeable avant d'appliquer des allongements répétés de faible amplitude

soit de faire une présérie d'extensions (de l'ordre d'une cinquantaine) et de réajuster les réglages pour la suite des extensions.

V - 3. 2. Sévérité.

Par ailleurs, à fréquence, à taux d'extension ou à niveaux de charges identiques, selon le détail de montée, de maintien et de descente en positions extrêmes, la sévérité varie énormément (figure 20).




A amplitude et à durée de cycle égales, la sévérité augmente de I à II à III

...

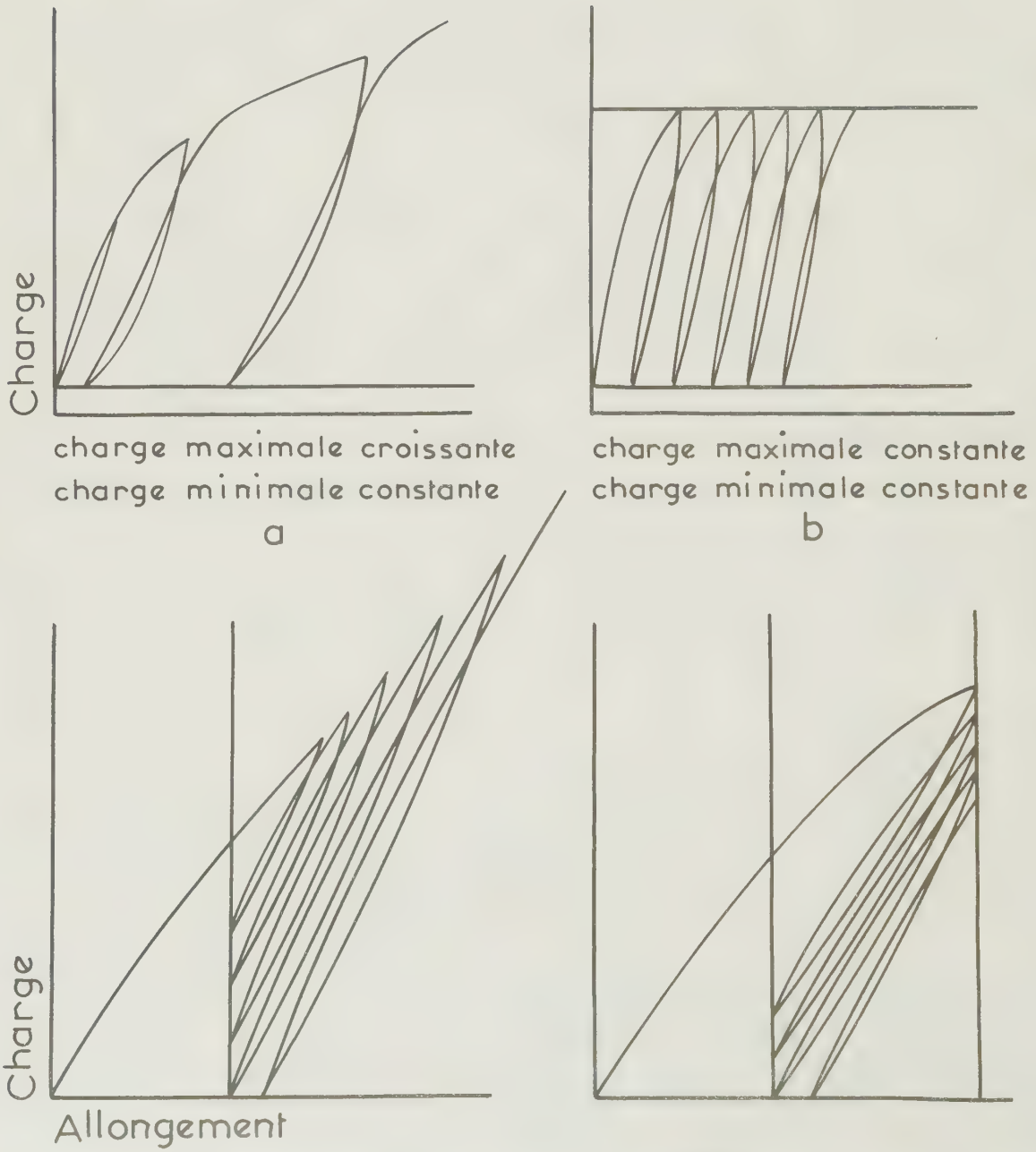

Charge
charge maximale croissante
charge minimale constante
a
charge maximale constante
charge minimale constante
b
Charge
Allongement
allongement maximal croissant
allongement minimal constant
c
allongement maximal constant
allongement minimal constant
d

fig.19

La sévérité ne peut être analysée qu'approximativement, puisque dès que l'on change l'un des réglages, l'histoire de l'application des contraintes est également modifiée.

Néanmoins certains points ont été acquis expérimentalement.

1°) Ainsi que l'avait montré MASON (1966) concernant la fatigue de métaux, on a une fonction générale du type $\Delta\varepsilon \cdot N^b = C = \text{Constante}$ (Rel. 31) où $\Delta\varepsilon$ est l'amplitude totale de l'élongation par cycle ; N le nombre de cycles jusqu'à la rupture et b un paramètre égal à 0,5 pour les métaux. LYONS (1969) a essayé d'appliquer cette relation de MASON et COFFIN au cas des textiles en portant log N (moyenne arithmétique de log $N_i$ pour 6 échantillons) en fonction de log ($\Delta\varepsilon$) et en déduisant par la méthode des moindres carrés la droite de corrélation :

$$\text{Log } N = a - \frac{\log \Delta\varepsilon}{b}$$

(où a représente $\frac{\log C}{b}$ ) pour des $\Delta\varepsilon$ variant de 1,6 à 16 % où b prend des valeurs comprises entre 0,08 et 0,13 pour des polyacrylonitriles, polyamides, polyesters et viscose ; mais pour des rayonnes pour pneus et pour des $\Delta\varepsilon$ ne dépassant pas 0,8 b atteint 0,42.

Ceci semblerait montrer que si la sollicitation se fait au niveau du domaine hookéen, b prendra une valeur voisine de 0,5 et s'en éloignera d'autant plus que l'on touche au domaine viscoélastique.

Selon BARELLA (1961) on vérifie pour la laine une autre relation empirique :

$$N = \frac{k \cdot L^x}{C^y}$$

où : L = la longueur d'éprouvette,
C = l'amplitude (absolue de l'extension,
k = un paramètre,
x et y variant selon la matière considérée.

2°) Selon WALLER et ROSEVEARE (1946) la charge de base (correspondant à l'allongement moyen au milieu du cycle d'extension) régit également la durée de vie, selon une loi exponentielle :

$$N = k \cdot B^a$$

où : B = charge de base,
k et a = paramètres (très variables, selon la nature de la matière).

...

3°) Selon les mêmes auteurs, on aurait également :

$N = k \cdot w^{-m}$ où : w = la fréquence ;

Mais cette relation n'est pas vérifiée systématiquement par tous les auteurs.

Toutefois, il est probable qu'une fréquence de résonance soit particulièrement sévère ; il ne faut pas oublier que les fréquences utilisées en pratique restent faibles et ne dépassent pas 10 Hz : c'est pourquoi aussi dans le domaine restreint des investigations textiles, l'incidence de la fréquence a pu être cachée par celle d'autres paramètres modifiés en même temps plus ou moins inconciemment.

4°) Toujours selon WALLER et ROSEVEARE la durée de vie est régie par la température selon une loi du type Anhénius :

$\ell n\ N = (E/RT) + C$

où E est assimilable à une énergie d'activation, R la constante des gaz parfaits, T la température et C une constante.

Mais selon NEUMANN (1960) les variations qu'il observe pour la gamme de 40 à 100°C semblent également dépendre de plusieurs autres facteurs inhérents à la matière, de telle sorte que la dernière relation n'est pas très bien vérifiée.

Il nous semble en effet que le frottement intérieur, estimé par la surface de la courbe d'hystérèse charge-allongement, provoque un échauffement interne local, dont la dissipation est régie par les conditions extérieures de température : de ce fait les conditions d'équilibres énergétiques au sein du système varient et peuvent donc modifier l'allure des comportements. De plus si l'on tient compte du fait que d'après MESKAT et ROSENBERG (1953) la matière textile se fatigue d'autant plus rapidement qu'elle est plus sèche, des changements de température provoqueront également des changements de teneur en eau de la matière, d'autant plus importants que la matière est plus hydrophile.

Comme pour l'abrasion, la sévérité durant les épreuves par extensions répétées est régie par de très nombreux paramètres et malgré une analyse poussée, il est aussi difficile sinon impossible d'en donner une estimation globale absolue et correcte.

...

On peut cependant définir cette sévérité par l'énumération en détail des conditions de réglage de l'extenseur et d'application des extensions sur les fils.

V - 3. 3. Construction d'un extenseur.

L'appareil (voir figure 21 page 86) est conçu pour éprouver simultanément 50 fils, formant une nappe verticale de 50 cm de longueur libre entre les points de serrage en position initiale. La durée de mise et de maintien en extension, et la durée de retour et de relaxation sont réglées indépendamment par une double minuterie électronique à fonctionnement cyclique règlable ; les gradients d'extension et de retour sont également variables à volonté : ceci permet d'obtenir différents diagrammes d'extension et retour en fonction du temps.

Le point fixe des éprouvettes est défini par un pinçage entre une platine en fonte rectifiée et un patin (garni d'un élastomère), à commande pneumatique synchronisée avec la mise en extension.

Les éprouvettes sont fixées à leur partie supérieure à une barre d'attache animée du mouvement alternatif vertical, générateur des extensions répétées, et régi par un vérin pneumatique à double effet et à commande électropneumatique.

L'amplitude de l'allongement périodique est réglable entre 0 et 35 mn (soit 0 à 7 % des 50 cm initiaux). La prétension est donnée individuellement à chaque éprouvette par une plaquette de poids choisi. Un capteur couplé à un enregistreur rapide permet d'enregistrer les mouvements effectifs d'extension et de relaxation.

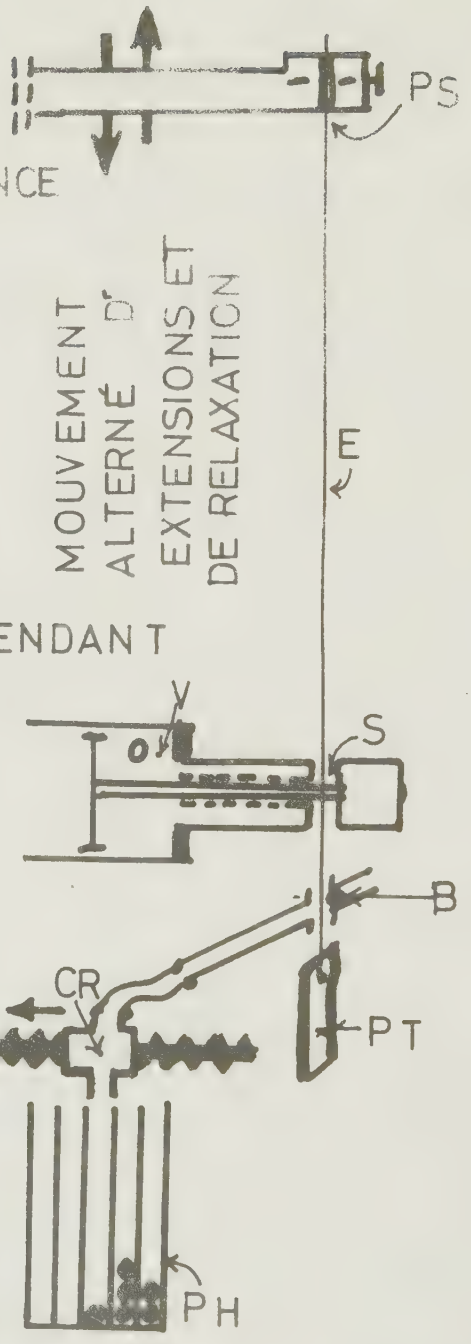
Le dispositif d'enregistrement des casses est identique à celui décrit pour le deuxième abrasimètre.

V - 4. CONCLUSIONS.

Ces appareils nous ont permis de procéder à des études diverses :

- Effet de la sévérité de l'épreuve sur la distribution des casses.
- Effet de modification du textile (titre, torsion, nature) à sévérité égale, sur les distributions des casses.

...




PS PINCES SUPERIEURES SERREES EN PERMANENCE

E EPROUVETTE

V VERIN DE SERRAGE PENDANT L'EXTENSION

S SERRAGE DESERRAGE

B BILLE

A AXE ENTRAINEUR PAR L'INTERMEDIAIRE DE L'

EF EMBRAYAGE-FREIN DU

CR CHARIOT-REPARTITEUR

PT PLAQUETTE DE TENSION PENDANT LE DESERRAGE

PH PLAQUE A HISTOGRAMME DE FREQUENCES A CLASSES VARIABLES

Fig. 21

La difficulté majeure reste de trouver un repère ponctuel représentatif de la tenue à la fatigue pour faciliter les comparaisons.

Etant donné que la sévérité régit de manière exponentielle la tenue à la fatigue, il est délicat de prendre une moyenne arithmétique comme repère. On pourrait penser à une moyenne géométrique.

KOUKINE G. (1969) préfère considérer la médiane. Selon STOUT (1966) on peut aussi ajuster une loi logarithmonormale et se servir des paramètres de position et de dispersion.

Nous pensons que pour l'instant, le plus sage est tout simplement de donner l'histogramme complet des ruptures en fonction du nombre de cycles, et il est toujours possible de comparer des histogrammes entre eux.

Evidemment, on peut choisir différents modes de représentation de ces histogrammes ; pour effectuer ce choix il faut se fonder sur une exploitation rationnelle des données statistiques.

C'est pourquoi nous aborderons au prochain chapitre l'aspect statistique de l'apparition des ruptures.

---

# VI - ETUDE STATISTIQUE

## VI - 1. AVANT-PROPOS.

La fatigue se manifeste concrètement par l'apparition d'une "casse" (selon l'expression en usage dans le textile) : c'est l'aboutissement "catastrophique" de la fatigue, ou tout simplement : la "fatigue" selon le sens de la résistance des matériaux ou la défaillance pour être plus général.

Si l'on considère un fil très long, que l'on puisse fatiguer dans toute son étendue, les défaillances apparaîtront çà et là et après des durées variables de fatigue : on a donc affaire à une distribution dans "l'espace" (la longueur du fil) et dans le temps (en fait : en fonction du nombre de cycles périodiques).

En pratique, l'éprouvette unique est remplacée dès la première défaillance ; aussi soumet-on simultanément un grand nombre d'éprouvettes à la même fatigue par répétition d'une sollicitation, et la distribution des éprouvettes défaillantes se fera dans le temps. En passant de la notion de rupture localisée à celle d'éprouvette défaillante, nous nous donnons en même temps la possibilité d'exprimer la quantité d'éprouvettes défaillantes par une proportion de "défaillants" voire de "survivants".

Il s'agit alors de trouver une loi statistique pour ajuster les distributions observées et d'en tirer des paramètres caractéristiques. L'idée d'une défaillance rare -c'est généralement souhaitable ! - fait penser à une loi de Poisson, éventuellement à une loi normale ou à une loi de Gumbel (dite des extrêmes), ou à une loi de Weibull. Dans la majeure partie des publications relatives à l'exploitation statistique de résultats de fatigue, on trouve des tentatives d'ajustement à l'une ou l'autre de ces lois ; mais l'ajustement semble en général assez ... audacieux ou du moins approximatif.

(voir par exemple WEIBULL, 1961, p. 162 et 163).

La tendance courante est de considérer un seul mécanisme de fracture et par conséquent de considérer qu'une seule allure de loi. Pourtant nous avons vu que l'on avait affaire à au moins trois cas :

...

1°) La préexistence de fissures, de cavités, de tailles suffisantes, associée à l'application d'une contrainte supérieure à la contrainte-limite conduit très rapidement à la catastrophe. En fonction du temps, cela se traduit par la défaillance apparaissant après quelques cycles déjà (après un temps $t_{i1}$); en langage de probabilités, on aura pour ce premier mécanisme un maximum de probabilité d'occurrence de défaillance après un temps relativement court ; puis la probabilité d'occurrence d'une défaillance selon ce premier mécanisme sera d'autant plus faible que le matériau aura résisté à davantage de cycles.

Si l'on considère un grand nombre d'éprouvettes fatiguées simultanément, le nombre d'éprouvettes défaillantes (selon ce premier mécanisme) en fonction du temps sera traduit par l'allure de la courbe de la figure 22a (page 90).

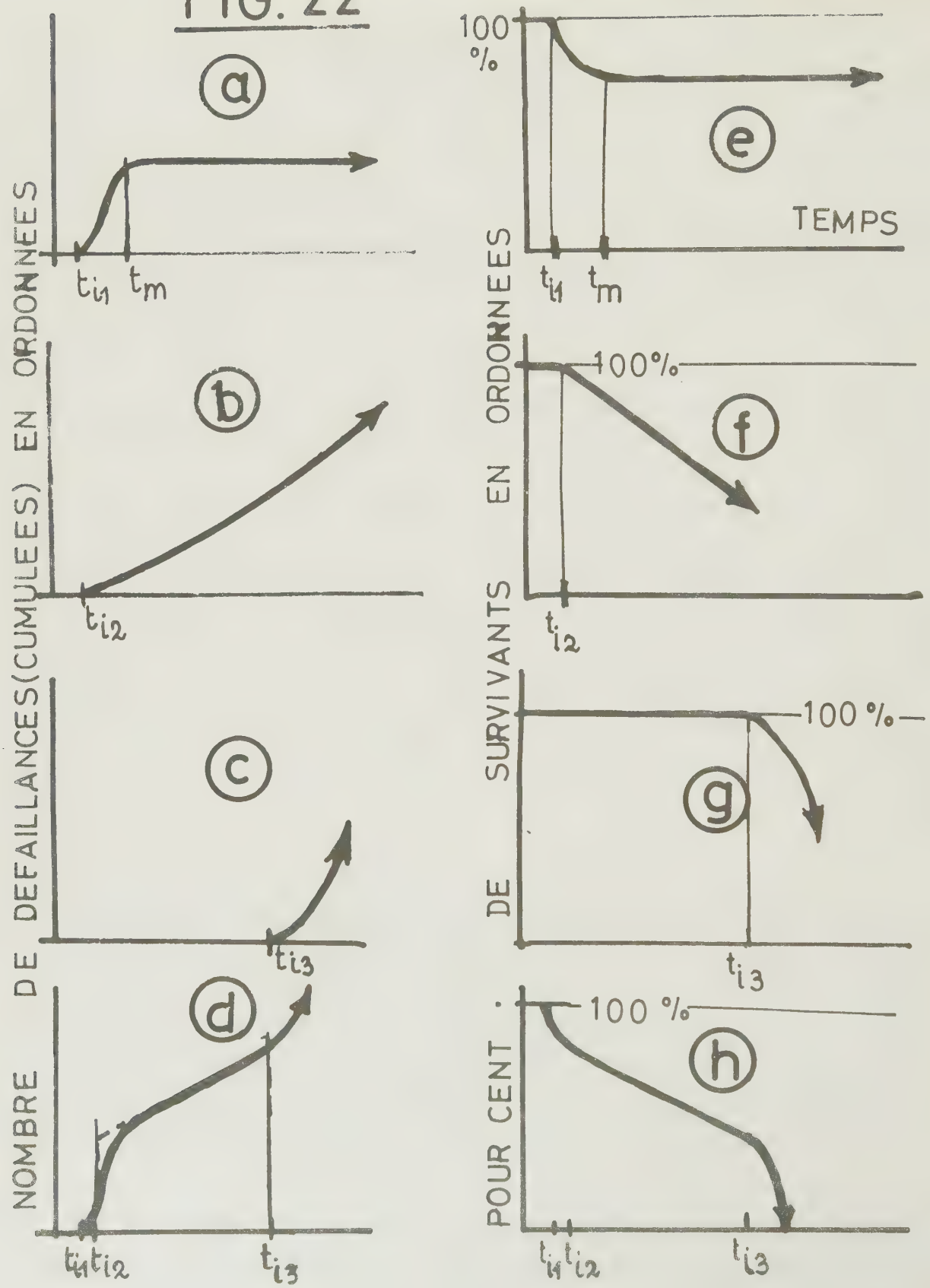
2°) La formation progressive, au hasard, d'une fissure, d'une microcavité par exemple à partir d'un "grand trou" développé par regroupement de "petits trous" dans le domaine amorphe, avec une croissance lente jusqu'à la fracture catastrophique conduit à des défaillances se produisant n'importe quand ; à priori, si l'on peut éventuellement penser à un temps $t_{i2}$ en dessous duquel il n'y aura pas encore de défaillances apparentes, par contre les défaillances selon ce second mécanisme se produiront tout au long de l'essai de fatigue. La représentation des défaillances en fonction du temps serait alors une courbe monotone (figure 22b page 90).

3°) Si après un relativement grand nombre de cycles les deux premiers mécanismes n'ont pas encore joué, la formation de nombreuses cavités associée à la rupture de chaînes par effet thermique dû au frottement intérieur, et les glissements progressifs ainsi rendus possibles conduisent à un état général de "fatigue" pour lequel les sections "utiles" seront réduites ; à partir de ce moment les concentrations de contraintes qui résultent de cette situation, arrivent rapidement à dépasser les contraintes-seuils et la progression catastrophique de la fracture devient de plus en plus fréquente.

Avant que ce 3e mécanisme se manifeste, il se passera un temps $t_{i3}$ relativement long ; mais dès qu'il entre en jeu, l'accroissement de la probabilité de défaillance selon ce 3e mécanisme augmentera en fonction du temps. On aura alors une allure selon la courbe sur la figure 22c page 90.

...

FIG. 22


a
b
c
d
e
f
g
h
NOMBRE DE DEFAILLANCES(CUMULEES) EN ORDONNEES
POUR CENT DE SURVIVANTS EN ORDONNEES
100 %
TEMPS
$t_{i1}$
$t_m$
$t_{i2}$
$t_{i3}$

En réalité, on aura affaire aux 3 mécanismes agissant simultanément ; comme la manifestation statistique, correspondant à chacun des mécanismes, suit une loi différente, l'expression de l'effet global ne peut être traduit que par une loi "composite". (figure 22d)

Pour l'utilisation plus aisée d'une telle loi on peut espérer trouver une expression générale qui s'applique à chacun des trois mécanismes individuellement et qui pourrait permettre un regroupement d'exploitation pratique plus facile.

C'est dans ce sens que nous avons orienté nos recherches.

## VI - 2. RECHERCHE D'UNE EXPRESSION GENERALE.

### VI - 2. 1. Introduction.

Ce problème s'apparente à celui de la "durée de vie" qui a intéressé en premier lieu les actuaires, plus particulièrement en ce qui concerne les questions d'assurances.

Aussi est-il indiqué d'essayer d'utiliser également ce qui a été fait dans ce domaine : Nous ne citerons que la remarquable mise au point sur les modèles mathématiques de la durée de vie d'E. MORICE (1966) qui contient l'essentiel de ce qui a été fait dans ce domaine. Nous nous inspirerons au besoin de ce travail et adopterons notamment les symboles qu'il propose.

Mais auparavant, il n'est peut-être pas inutile de faire un bref rappel des travaux actuariels :

En 1825 GOMPERTZ faisait l'hypothèse que la mort peut être provoquée par un accident, au hasard, et par une "force de mortalité" d'affaiblissement progressif de l'individu. Négligeant le cas de l'accident il suppose que cette force de mortalité correspond à une quantité $\psi$ qui s'accroît dans le temps dx d'une quantité $d\psi$ proportionnelle à $\psi$. A l'âge x, la force de mortalité (en fait : le taux instantané de mortalité $\psi$) satisfait à l'équation :

$$\frac{1}{\psi}\,\frac{d\psi}{dx} = q \quad (= \text{constante})$$

d'où $\psi = a\, e^{qx}$ (Rel. 31)

où a est le minimum de "vie garantie" et q une caractéristique de l'individu.

A un instant donné, on aura $V_x$ vivants d'âge x et $V_x + dx$ "survivants" au bout d'un temps dx supplémentaire ; le "quotient de mortalité" relatif à cet intervalle dx de temps sera :

$$\frac{V_x - V_{x+dx}}{V_x}$$ ,que l'on peut rapporter à l'unité de temps :

$$\frac{1}{dx} \quad \frac{V_x - V_{x+dx}}{V_x}$$

Lorsque $dx \to 0$ on a

$$\frac{1}{dx} \frac{V_x - V_{x+dx}}{V_x} \to - \frac{V'_x}{V_x} = \psi_x \qquad \text{(Rel. 32)}$$

Compte tenu de Rel. 31, il vient :

$- \frac{V'_x}{V_x} = a\, e^{qx}$ , d'où on tire :

$$\ell n\, V_x = - \int a\, e^{qx}\, dx + Cte$$

$$\text{soit } V_x = k \,.\, e^{- \int a\, e^{qx}\, dx}$$

$$\text{ou } V_x = k \,.\, e^{- \frac{a}{q} e^{qx}} = V_x = k \,.\, g^{c^x} \qquad \text{(Rel. 33)}$$

forme classique de la loi de Gompertz, en posant $g = e^{-(a/q)}$ et $e^{q} = c$ (puisque a et q sont considérés comme constants).

MAKCHAM a proposé une forme plus générale : $V_x = k \,.\, s^x\, g^{c^x}$ pour tenir compte du facteur "accident", négligé par GOMPERTZ.

Si l'on tient compte des <u>proportions</u>, des <u>fréquences</u> on s'affranchit des <u>effectifs</u> au début des observations, et l'on peut raisonner sur des probabilités de l'évènement: E = défaillance de l'unité observée.

En suivant un raisonnement du type Gompertz on peut établir des relations générales qui varient selon la fonction "taux de mortalité" ou "taux instantané de défaillance" qui peut suivre n'importe quelle loi.

...

VI - 2. 2. Forme générale probabiliste de l'occurrence de la défaillance :

Soit à l'instant T = t, la valeur h(t) du taux instantané de défaillance* de la fonction h(T)(qui peut être assimilé à une fonction de densité de probabilité)variant avec T. La probabilité d'arrivée de l'évènement E (défaillance de l'unité observée : ensemble ou élément) dans l'intervalle de temps t et t + dt sera donc : h(t)dt.

Cette probabilité est une probabilité conditionnelle : la défaillance ne doit pas avoir eu lieu au temps T = t et elle doit s'être produite au temps T = t + dt.

En d'autres termes, il faut :

- que l'évènement $E_t$ (défaillance enregistrée dans l'intervalle de temps entre 0 et t) ne se soit pas produit ; ce qui veut dire que l'évènement "non $E_t$" ou : $\overline{E_t}$ se soit produit ;
- et que l'évènement $E_{t + dt}$ (défaillance enregistrée dans l'intervalle de temps entre t et t + dt) se soit produit.

La probabilité conditionnelle

$Pr\ (E_{t + dt}\ si\ \overline{E_t})$ ou : $Pr\ (E_{t + dt} / \overline{E_t})$

est par définition la probabilité d'occurrence conjointe des deux évènements $P_r\ (E_{t + dt} \cap \overline{E_t})$ rapportée à la probabilité de condition $Pr\ (\overline{E_t})$.

Pour définir ces deux dernières probabilités, nous appellerons F(t), la probabilité de défaillance entre le temps 0 et t soit d'un élément (une éprouvette) soit de(plusieurs éprouvettes) : c'est la fonction de probabilités totales de défaillances depuis le temps 0 jusqu'au temps t ; on peut de là définir une probabilité de "non-défaillance" ou de "survie" R(t) par R(t) = 1 - F(t). On peut faire une application biunivoque de l'ensemble des probabilités sur l'ensemble des évènements : la figure 23 résume cette façon de faire :

* c'est-à-dire : densité de défaillance au temps t par rapport aux "survivants" à l'instant t.

...

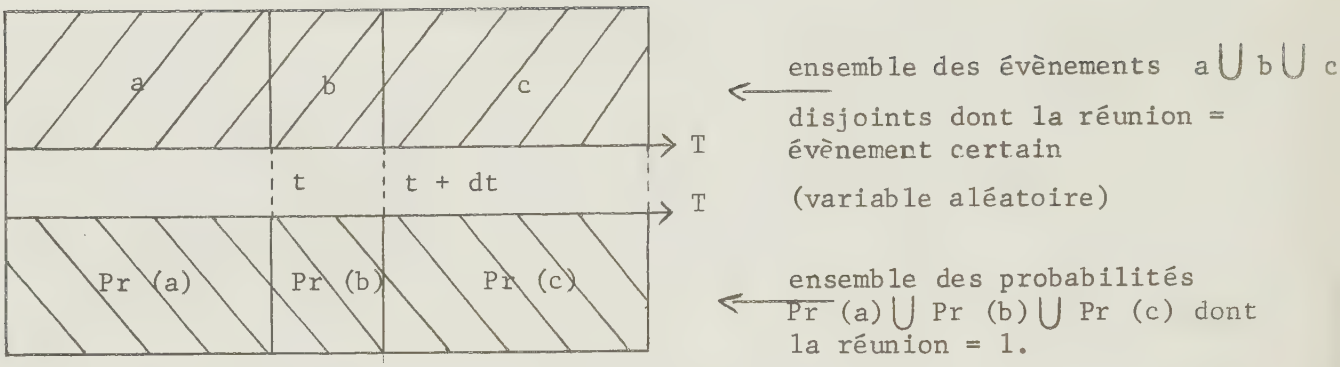



Figure 23

$$Pr\ (a) = F(t) \qquad Pr\ (a + b) = F(t + dt) \qquad Pr\ (b + c) = 1 - F(t)$$

L'ensemble a, b, c des évènements comprend les évènements $E_t$ (= a) , $\overline{E_t}$ (= b + c) , $E_{t+dt}$ (= a + b)

$$Pr\ (E_t) = F(t) \quad \text{et} \quad Pr\ (\overline{E_t}) = 1 - F(t)$$

$$Pr\ (E_{t+dt}) = F(t + dt)$$

$$Pr\ (\overline{E_t} \cap E_{t+dt}) = Pr\ (b) = F(t+dt) - F(t)$$

Pour $dt \to 0$ $\quad Pr\ (\overline{E_t} \cap E_{t+dt}) = d\,F(t)$

La probabilité conditionnelle $Pr\ (E_{t+dt}/\overline{E_t}) =$

$$= \frac{d\,F(t)}{1 - F(t)} = h(t)dt. \qquad \text{(Rel. 34)}$$

Pour résoudre cette équation différentielle, nous l'intégrons par rapport au temps de 0 à t

$$\ell n\,[1 - F(t)] - \ell n\,[1 - F(0)] = \int_0^t h(t)dt$$

Comme F(0) = 0, puisqu'il n'y a pas de "mort-né", il vient

$$1 - F(t) = e^{-\int_0^t h(t)dt} = R(t)$$

ou

$$F(t) = 1 - e^{-\int_0^t h(t)dt} \qquad \text{(Rel. 35)}$$

Qui est la fonction de répartition (Probabilités totales) de la variable aléatoire T.

...

On en déduit la densité de probabilité de la variable T pour T = t :

$$f(t) = \frac{d\,F(t)}{dt}$$

$$f(t) = h(t)\, e^{-\int_o^t h(t)dt} \qquad \text{(Rel. 36)}$$

f(t)dt représente donc la proportion des éléments qui "vivant" à l'instant t = 0, mourront entre t et t + dt.

De rel. 34 il vient :

$$h(t) = \frac{f(t)}{1 - F(t)} = \frac{f(t)}{R(t)} \qquad \text{(Rel. 37)}$$

correspond bien au taux instantané de défaillants à l'instant t, c'est-à-dire la proportion de ceux qui défailleront entre t et t + dt par rapport à la proportion de non défaillants R(t) à l'instant t.

On peut donc définir le comportement de défaillance par l'une quelconque des fonctions :

h(t) f(t) F(t) R(t)

qui sont liées selon les relations 34, 35, 36 et 37.

Le problème qui nous préoccupe se ramène alors à trouver les fonctions h(t) qui correspondent à chacun des 3 mécanismes de fatigue. En restant dans le cadre général que nous nous sommes fixés dans ce paragraphe, nous pouvons encore aller un peu plus loin.

Nous admettrons que les trois mécanismes sont indépendants en probabilité en effet on dit que deux évènements A et B sont indépendants en probabilités, si la probabilité conditionnelle de B est la même que A ou que $\overline{A}$ (non A) se soit réalisé Pr (B/A) = Pr (B/$\overline{A}$).

L'existence d'aucun des 3 mécanismes n'est absolument liée à l'existence de l'un des deux autres, par conséquent notre hypothèse se justifie.

Si tel est le cas, la probabilité globale de non-défaillance (ou de survie) $R_g(t)$ compte tenu de l'ensemble des mécanismes est égale au produit des probabilités de non-défaillance pour chacun des mécanismes individuels, soit :

$$R_g(t) = R_1(t)\ R_2(t)\ R_3(t) \qquad \text{(Rel. 38)}$$

...

et par suite on aura

$$F_g(t) = 1 - R_g(t) = F_1(t) + F_2(t) + F_3(t) - F_1(t)\,F_2(t) - F_2(t)\,F_3(t) - F_1(t)\,F_2(t) + F_1(t)\,F_2(t)\,F_3(t)$$

et on en tire, tous calculs faits :

$$h_g(t) = \frac{f_g(t)}{1 - F_g(t)} = \frac{f_1(t)}{1 - F_1(t)} + \frac{f_2(t)}{1 - F_2(t)} + \frac{f_3(t)}{1 - F_3(t)} \quad \text{soit encore :}$$

$$h_g(t) = h_1(t) + h_2(t) + h_3(t) \qquad \text{(Rel. 39)}$$

## VI - 3. APPLICATION AU CAS DE LA FATIGUE.

### VI - 3. 1. Considération de base.

Chacun des mécanismes se caractérise comme nous l'avons vu (fig. 22) par une allure différente de $F_i(t)$ :

- le premier mécanisme correspond (fig. 22e) à $R_1(t)$ avec une fonction $h_1(t)$ décroissante avec t, pour $t > t_{i1}$ ;

- le second mécanisme correspond (fig. 22f) à $R_2(t)$ avec une fonction $h_2(t)$ pratiquement indépendante du temps, pour $t > t_{i2}$ ;

- le troisième mécanisme correspond (fig. 22g) à $R_3(t)$ avec une fonction $h_3(t)$ fortement croissante, pour $t > t_{i3}$.

Si 1'on confronte les différents modèles de loi et ces allures de courbes, les ajustements pourraient apparemment le mieux se faire suivant une loi de WEIBULL, de la forme :

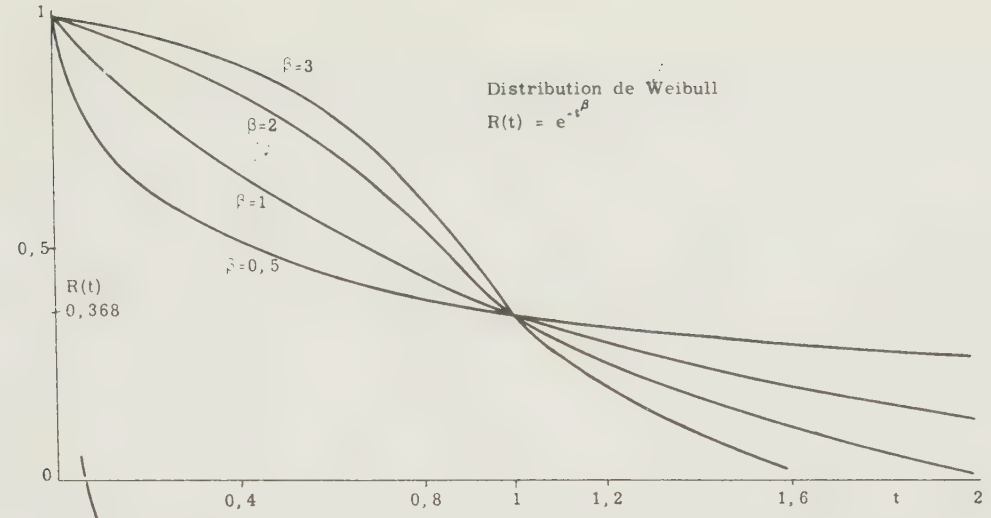
$$R(t) = e^{-\frac{(t-\gamma)^{\beta}}{a}} \quad \text{(voir figure 24a)} \qquad \text{(Rel. 40)}$$

et par une loi d'ERLANG ou loi GAMMA, généralisée (mais probablement moins bien), de la forme :

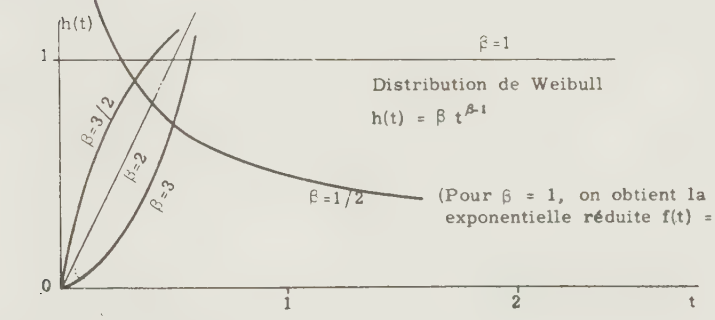
$$R(t) = 1 - \frac{1}{\Gamma(k)} \int_0^{\lambda t} e^{-\lambda t} (\lambda t)^{k-1}\, dt = e^{-\lambda t} \sum_{x=0}^{k-1} \frac{(\lambda t)^x}{x!} \qquad \text{(Rel. 41)}$$

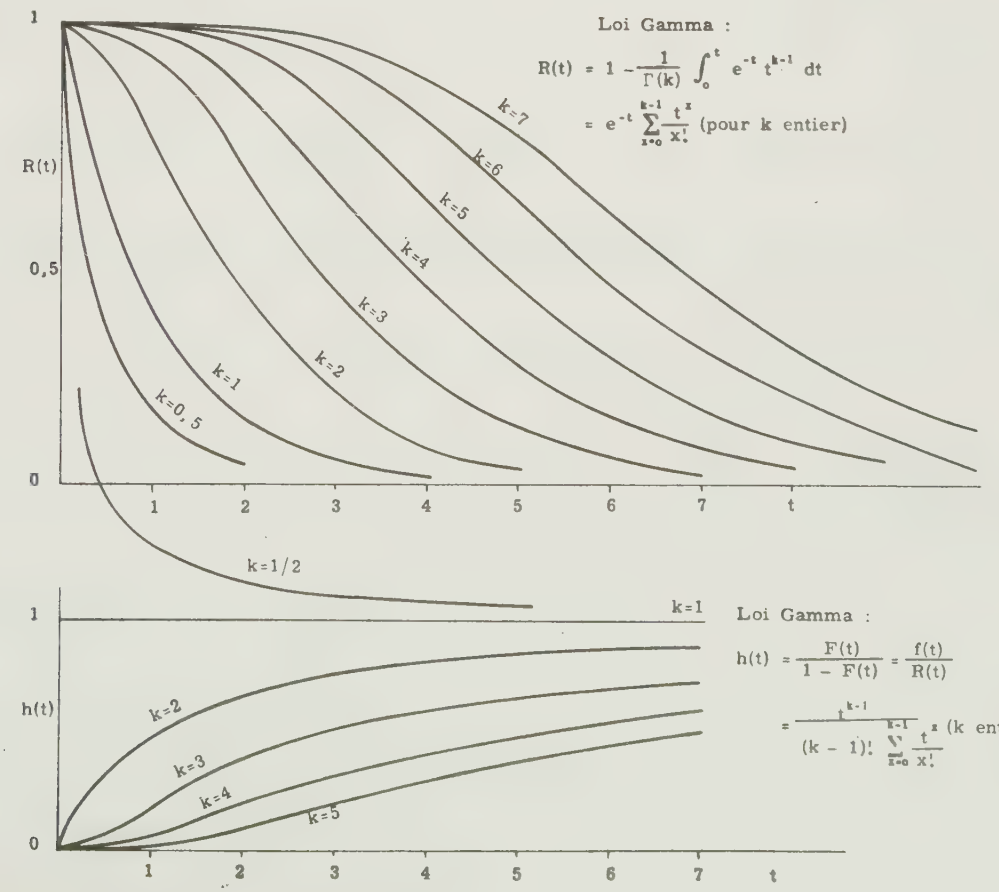
(pour k entier) (voir figure 24b) puisque pour k entier $\Gamma(k) = (k-1)!$

...


1
0,5
0
R(t)
0,368
β=3
β=2
β=1
β=0,5
0,4
0,8
1
1,2
1,6
t
2
Distribution de Weibull
R(t) = e^{-t^β}

(A)


h(t)
1
0
β=1
β=3/2
β=2
β=3
β=1/2
1
2
t
Distribution de Weibull
h(t) = β t^{β-1}
(Pour β = 1, on obtient la distribution exponentielle réduite f(t) = e^{-t}


1
R(t)
0,5
0
k=7
k=6
k=5
k=4
k=3
k=2
k=1
k=0,5
1
2
3
4
5
6
7
t
Loi Gamma :
R(t) = 1 - 1/Γ(k) ∫_0^t e^{-t} t^{k-1} dt
= e^{-t} Σ_{x=0}^{k-1} t^x/x! (pour k entier)

(B)


k=1/2
1
h(t)
0
k=1
k=2
k=3
k=4
k=5
1
2
3
4
5
6
7
t
Loi Gamma :
h(t) = F(t)/(1 - F(t)) = f(t)/R(t)
= t^{k-1} / ((k - 1)! Σ_{x=0}^{k-1} t^x/x!) (k entier)

FIG. 24

Nous examinerons donc ces 2 cas.

VI - 3. 2. Cas de loi de WEIBULL.

Dans le cas d'une loi de WEIBULL on aura :

- pour le premier mécanisme :

$$R_1(t) = e^{-\left(\frac{t - t_{i1}}{a}\right)^{\beta_1}} \qquad \text{(Rel. 42)}$$

où : a = durée d'un cycle,

$t_{i1}$ = le temps à partir duquel le 1er mécanisme peut se manifester par une rupture,

$\beta_1$ = un paramètre inférieur à 1 mais supérieur à 0, pour que le taux instantané de défaillance :

$$h(t) = \frac{\beta_1}{a} \left(\frac{t - t_{i1}}{a}\right)^{\beta_1 - 1}$$

soit décroissant avec le temps, après $t_{i1}$.

- pour le second mécanisme :

$$R_2(t) = e^{-\left(\frac{t - t_{i2}}{a}\right)^{\beta_2}} \qquad \text{(Rel. 43)}$$

où : $t_{i2}$ = le temps à partir duquel le 2e mécanisme peut se manifester par une rupture,

$\beta_2$ = un paramètre égal à 1, pour que le taux instantané de défaillance soit constant après $t_{i2}$ ;

Remarque : on obtient une loi exponentielle (si $t_{i2} = 0$) avec

$$h(t) = \frac{1}{a} \quad \text{et} \quad f(t) = \frac{1}{a} e^{-\frac{t}{a}}$$

- pour le troisième mécanisme :

$$R_3(t) = e^{-\left(\frac{t - t_{i3}}{a}\right)^{\beta_3}} \qquad \text{(Rel. 44)}$$

où : $t_{i3}$ = le temps à partir duquel le 3e mécanisme peut se manifester par une rupture,

$\beta_3$ = un paramètre supérieur à 1, pour que le taux instantané de défaillance soit croissant avec le temps après $t_{i3}$.

...

## VI - 3. 3. Cas de loi d'ERLANG (GAMMA généralisée).

(voir MORICE, 1966)

Examinons le cas d'une loi d'ERLANG (ou : loi GAMMA généralisée). Une fonction GAMMA de paramètre k est définie par

$$\Gamma(k) = \int_0^{\infty} e^{-x} x^{k-1} \quad \text{avec} \quad k > 0 \qquad \text{(Rel. 45)}$$

D'une manière générale, on a :

$$\Gamma(k+1) = k\,\Gamma(k)$$

Il en résulte, pour k entier : $\Gamma(k) = (k-1)\,!$

et pour $k = 0{,}5$, $\Gamma(0{,}5) = \sqrt{\pi}$

On peut rechercher l'intervalle de temps entre deux arrivées successives d'évènements $E_i$ (qui obéissent à une loi de Poisson : évènement rare).

Si un évènement est arrivé à l'instant t = 0 (arbitrairement pris comme origine) la probabilité f(t)dt pour que le suivant ait lieu entre t et t+dt, est égale au produit de la probabilité de zéro arrivée entre 0 et t par la probabilité de l'arrivée d'un évènement E entre t et t+dt soit :

$f(t)dt = \lambda e^{-\lambda t}\,dt$ (où : $\lambda$ correspond à l'échelle de temps semblable à la quantité $\frac{1}{a}$ de la loi de Weibull).

La probabilité pour que l'intervalle de temps T entre deux arrivées successives soit inférieur à t est

$$F(t) = \int_0^t f(t)dt = 1 - e^{-\lambda t}$$

La loi de l'intervalle de temps entre la nième et la (n+k)ième arrivée de l'évènement E, est définie par la probabilité de l'arrivée du kième évènement E entre t et t+dt : celle-ci est égale au produit de k-1 arrivées entre 0 et t, par la probabilité d'une arrivée entre t et t+dt, soit :

$$f(t)dt = \lambda e^{-\lambda t} \frac{(\lambda t)^{k-1}}{(k-1)\,!}\,dt \quad (\text{avec } \lambda > 0 \text{ et } t > 0)$$

soit encore :

$$\frac{1}{\Gamma(k)}\ \lambda e^{-\lambda t}\ (\lambda t)^{k-1}\,dt \text{ (loi d'ERLANG).}$$

...

La probabilité pour que la durée d'attente de la k-ième arrivée soit inférieure à t est :

$$F(t) = \frac{1}{\Gamma(k)} \int_o^{\lambda t} e^x x^{k-1} dx$$

ou

$$F(t) = 1 - \sum_{x=o}^{k-1} e^{-\lambda t} \frac{(\lambda t)^x}{x!}$$

On peut considérer k comme un paramètre caractérisant la résistance à l'usure dans l'état initial et prenant successivement les valeurs : k, k-1, .... 1 ... 0 sous l'influence de causes élémentaires successives : la défaillance due à la seule usure se produisant lors de l'action de la k-ième cause élémentaire. C'est dire que le matériau du fait de la fatigue passe de l'état initial $E_k$ (pour t=o) à l'état final $E_o$ (défaillance) par transitions $E_{k-1}$, $E_{k-2}$ ... $E_1$, $E_o$. Si le passage de $E_i$ à $E_{i-1}$ pendant l'intervalle de temps dt se fait avec la probabilité $\lambda$ dt avec la restriction que dans l'intervalle dt, la probabilité de passage de $E_i$ à $E_{i-r}$ (r > 1) soit nulle, on arrive à la probabilité $P_i(t)$ pour que le matériau soit dans l'état $E_i$ à l'instant t :

$$P_i (t + dt) = P_i(t) [1 - \lambda dt] + P_{i+1}(t) \lambda dt$$

soit :

$$P_i'(t) + \lambda P_i(t) = \lambda P_{i+1}(t)$$

ce qui conduit à

$$P_i(o) = 1 \text{ pour } i = k$$

$$P_i(o) = 0 \text{ pour } i = 1,2 \ldots k-1$$

soit :

$$P_i(t) = e^{-\lambda t} \frac{(\lambda t)^{k-i}}{(k-i)!}$$

La probabilité que le matériau passe à l'instant t de l'état $E_1$ à l'état $E_o$, c'est-à-dire la probabilité pour que le matériau défaille entre t et t+dt sera donnée par la loi Gamma :

$$f(t)dt = P_1(t) \lambda dt = \frac{1}{\Gamma(k)} \lambda (\lambda t)^{k-1} e^{-\lambda t} dt$$

...

Si on pose $\lambda t = x$, on obtient la loi GAMMA $\gamma(x)$

$$F(t) = \int_o^t f(t)dt = \frac{1}{\Gamma(k)} \int_o^x e^{-x} x^{k-1} dx...$$

Pour le cas d'une loi mixte de défaillance (usure et défaillance aléatoire) la défaillance aléatoire est le cas où le matériau passe directement d'un état intermédiaire $E_i$ ($i = k, k-1 \ldots 2,1$) à l'état $E_o$ de défaillance.

Soit $\lambda' dt$ la probabilité de passage d'un état $E_i$ à l'état $E_o$ pendant un intervalle de temps dt ; on supposera $\lambda'$ indépendant de $E_i$ et de t. La probabilité de survie R(t) à l'instant t est égale au produit de la probabilité $e^{-\lambda' t}$ de non défaillance aléatoire avant l'instant t par la probabilité de non défaillance par usure, soit

$$R(t) = e^{-\lambda' t} \left[1 - \frac{1}{\Gamma(k)} \int_o^x e^{-x} x^{k-1} dx\right]$$

En fait, on reprend, pour le 2e mécanisme la fonction $R_2(t) = e^{-\lambda' t}$ comme pour la loi de Weibull (il suffit de poser $\lambda'_\gamma = \frac{1}{a}$ et $t_\gamma = t_w - t_{i2}$).

Par conséquent, cette approche conduit à un traitement similaire pour ce qui concerne le 2e mécanisme. Comme nous le verrons dans le paragraphe suivant, les expressions selon WEIBULL permettent dans notre cas une exploitation plus directe des résultats.

VI - 3. 4. Application de la loi de WEIBULL.

Nous avions donc pour les trois mécanismes la fonction

$$R_g(t) = R_1(t) \cdot R_2(t) \cdot R_3(t) \text{ avec } R_i(t) = e^{-\left(\frac{t - t_i}{a}\right)^{\beta_i}}$$

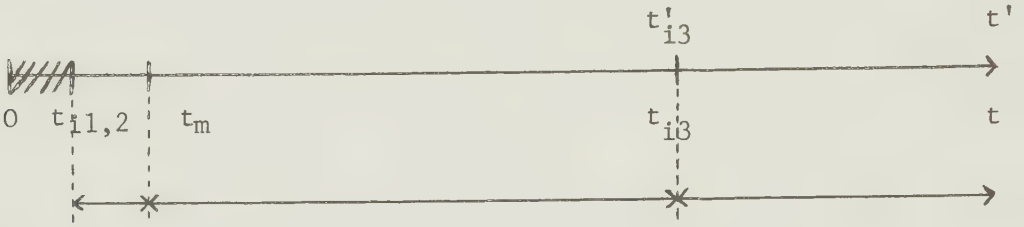
On peut raisonnablement supposer que $t_{i1}$ et $t_{i2}$ ne sont pas très différents et probablement assez proche de O.

On peut prendre comme origine des temps : $t_{i1} = t_{i2}$, d'où $t - t_{i1,2} = t'$. Rappelons ce qui se passe en fonction du temps pour chacun des mécanismes.

Au bout d'un temps $t_m$ (soit : $t'_m$ en prenant pour origine des t' : $t_{i1,2}$) l'intervention du 1er mécanisme est pratiquement nulle (fonction h(t) fortement décroissante); donc entre $t'_m$ et $t'_{i3}$ seul le second mécanisme intervient ; au delà de $t'_{i3}$ les second et troisième mécanismes vont conjointement intervenir.

...

Si donc on représente R(t) en fonction de t, les trois domaines : I, II, III : (I avec : $0 < t' < t'_m$ ; II avec : $t'_m < t' < t'_{i3}$ ; III avec : $t' > t'_{i3}$) présenteront des allures particulières.




Puisque la loi de Weibull est de la forme : $R(t) = e^{-\left(\frac{t'}{a}\right)^{\beta}}$ on la représentera en fonction linéaire en portant : $\ell n\ \ell n\ \{1/R(t')\}$ en fonction de $\ell n(t')$.

Si nous n'avons affaire qu'à une loi unique cette fonction se traduit par une droite de pente β.

Si nos hypothèses sont exactes nous aurons :

- <u>pour le domaine I</u> :

$$R_{1,2}(t')_I = e^{-\left(\frac{t'}{a}\right)^{\beta_1 + \beta_2}} = e^{-\left(\frac{t'}{a}\right)^{\beta_{12}}}$$

et puisque : $0 < \beta_1 < 1$ et $\beta_2 = 1$

il vient : $1 < \beta_{12} < 2$

le segment de droite $\ell n\ \ell n\ \{1/R_{1,2}(t')_I\} = f\ \{\ell n(t')\}$ aura une pente $\beta_{12}$ supérieure à 1.

- <u>pour le domaine II</u> :

$$R_2(t)_{II} = e^{-\left(\frac{t'}{a}\right)^{\beta_2}} = e^{-\frac{t'}{a}}$$

le segment de droite correspondant sera de pente égale à 1, à 45° donc.

- <u>pour le domaine III</u> :

$$R_{2,3}(t')_{III} = R_2(t')_{III}\ R_3(t')_{III}$$

$$= e^{-\left(\frac{t'}{a}\right)^{\beta_2}} \cdot e^{-\left(\frac{t' - t'_{i3}}{a}\right)^{\beta_3}} \quad \text{avec } \beta_2 = 1 \text{ et } \beta_3 > 1$$

et par conséquent dans le domaine III $\ell n\ \ell n\ \{1/R_{2,3}(t')_{III}\} = f\ \{\ell n(t')\}$ ne sera plus une droite.

...

VI - 4. CONCLUSIONS.

La validité de nos hypothèses peut se vérifier simplement par le fait qu'en représentation selon WEIBULL de $\ell n\ \ell n\ \{1/R(t')\}$ en fonction de $\ell n(t')$ on doit obtenir un domaine II pour lequel cette fonction correspond à une droite à 45°.

Si tel est le cas, nous pouvons utiliser la loi de WEIBULL systématiquement.

Effectivement, dans la plupart des cas, y compris les résultats publiés par d'autres auteurs, nous avons pu constater l'existence d'un tel domaine bien que nous soyons obligés de prendre t au lieu de t' - au moins dans un premier temps - c'est-à-dire en admettant $t_{i1} = t_{i2} = 0$, comme nous le verrons dans la partie expérimentale rapportée au chapitre suivant.

Ce résultat a encore une autre conséquence de grande importance concernant l'exploitation de la loi de WEIBULL :

Le deuxième mécanisme représente en fait l'essentiel du phénomène de la fatigue proprement dite. En effet, ce qui se manifeste selon le premier mécanisme correspond à l'existence d'un défaut initial suffisamment grave pour qu'il compromette rapidement sinon immédiatement l'utilisation de ce matériau défectueux dans les conditions données de sévérité : en cours de fabrication textile c'est bien le rôle des opérations de "purgeage" d'éliminer ces places faibles initiales ; de plus, l'apparition du 3e mécanisme, manifestation de la catastrophe quasi généralisée, ne présente qu'un intérêt relatif, car généralement l'utilisation sera abandonnée avant sa manifestation.

Ainsi, si la fatigue se laisse décrire par l'allure selon le 2e mécanisme, la droite à 45° peut caractériser la tenue à la fatigue, et puisqu'il s'agit d'une droite à 45°, il suffit de donner son point d'intersection avec l'abscisse en $\ell n(t)$ pour avoir une valeur ponctuelle représentative de cette tenue à la fatigue.

En allant plus loin, cette droite ou ce point peuvent servir à définir des niveaux de sévérité, si l'on compare des tenues d'un même matériau, sous divers niveaux de sévérité.

Cette approche nous permet donc d'étudier rationnellement la tenue à la fatigue.

# VII - VERIFICATION EXPERIMENTALE DE LA THEORIE STATISTIQUE

## VII - 1. AVANT-PROPOS.

Pratiquement sans exception, les chercheurs qui se sont penchés sur le problème des distributions de "casses" par fatigue textile, ont cherché un mode d'expression général, en faisant un seul ajustement sur une seule loi pour l'ensemble de la distribution.

Les lois classiques sur lesquelles ont été effectués les ajustements sont :

- la loi normale (voir par exemple : MATTHES, 1947 et KEWORKIAN, 1960);

- la loi logarithmonormale (voir par exemple : OWEN et LOCKE, 1926 ; TANENHAUS, 1947 ; ZILAHI et KELEN, 1957 ; LAUKNER et WÄCHTLER, 1958 ; GÜTTLER, 1959 ; BARELLA, 1959, 1965 ; MARTIN, 1960...) ;

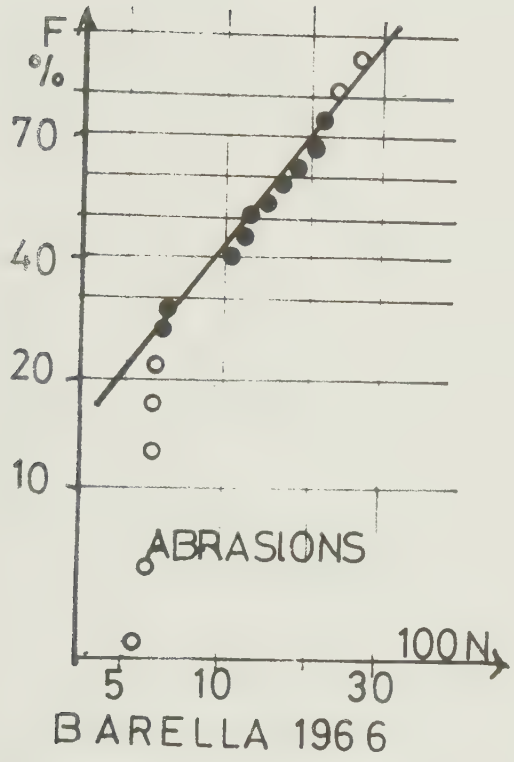
- les lois doublement exponentielles (voir par exemple : GUMBEL, 1958 ; SHIGEO KASE, 1953 ; SIPPEL et HEIM, 1961, 1962, 1963 ; SLINGER, 1964 ; DUBIEF, 1970) ;

- la loi de WEIBULL (voir par exemple : WEIBULL, 1961 ; SIPPEL et HEIM, 1961, 1962, 1963 ; PREVORSEK et LYONS, 1965 ; BARELLA, 1966, 1969 ; SIPPEL, 1965, 1966, 1970) ;

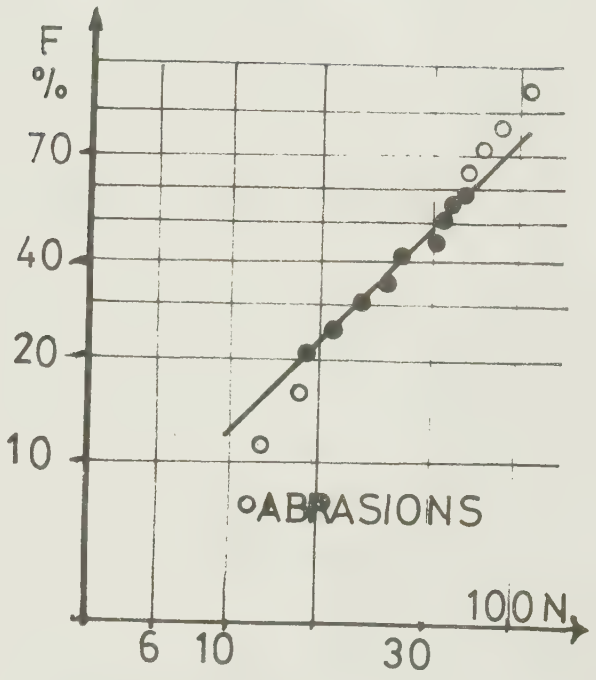
- les lois dites "asymptotiques" ou "extrêmes" (MORICE 1966) développées par GUMBEL (1958) et WEIBULL (1961) à partir des précédentes, dans un souci de généralisation (voir par exemple : PREVORSEK et LYONS, 1963 ; FRANCK et SINGLETON, 1964 ; BARELLA, 1966, 1969...).

Les auteurs ne semblent vraiment unanimes que pour dire qu'il s'agit d'approximation ou de validité réduite à certains fractiles, ou encore d'allures mixtes dues à 2 ou plusieurs "causes différentes".

Pourtant si l'on reprend simplement quelques résultats publiés et bien que le nombre d'essais soit en général très réduit on retrouve bien l'allure en 3 tronçons, voire en 2 (si le premier mécanisme ne joue pas !) dans les représentations $\ell n\ \ell n\ \{1/R(t)\}$ en fonction de $\ell n(t)$, avec systématiquement un segment à 45° si les coordonnées sont à la même échelle (voir par exemple figure 25 page 105).

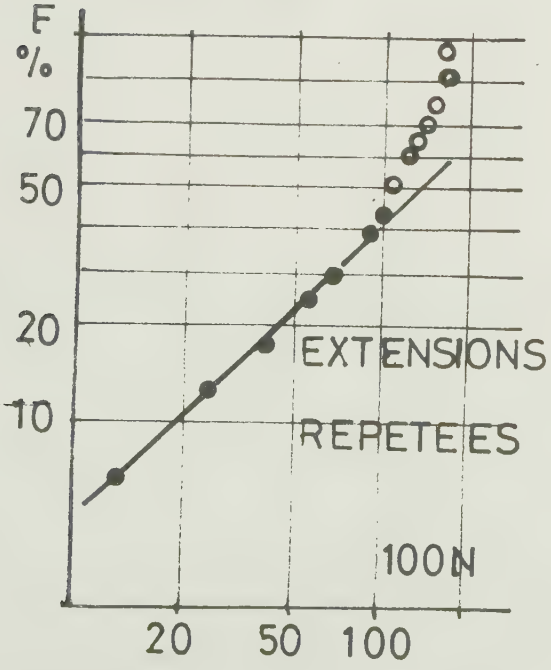



BARELLA 1966




BONA 1966

BONA 1966




SIPPEL HEIM 1961

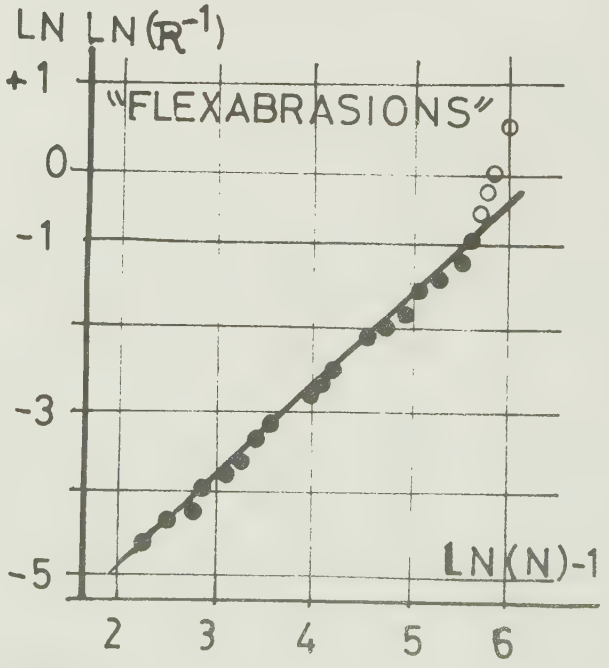



Fig. 25

Nous-mêmes, avons eu l'occasion de vérifier systématiquement tant au cours d'essais d'abrasions que d'extensions répétées l'existence d'un "tronçon à 45°" plus ou moins important selon le cas.

Avant de présenter les exemples types, nous exposerons brièvement notre manière d'opérer.

## VII - 2. COLLATION DES RESULTATS - MODES DE PRESENTATION.

Comme nous l'avions signalé nos appareils sont conçus (voir par exemple l'article de mon collaborateur P.E. EXBRAYAT, 1970) pour grouper par classes les résultats de rupture : chaque fil non rompu maintient une bille de 2 mm de diamètre, dès qu'un fil casse, la bille tombe dans un entonnoir qui l'achemine jusqu'au chariot répartiteur place au-dessus d'un tube translucide faisant partie d'une plaque à histogramme de fréquences. Chaque tube correspond à un nombre de cycles donné et constitue une classe de l'histogramme. On peut faire varier l'importance de la classe indépendamment les unes des autres selon l'avance du chariot répartiteur commandée par un programmateur à bande magnétique. Ce programmateur est un magnétophone avec dispositif d'enregistrement et de lecture d'impulsions ultra-sonores : la lecture d'une impulsion enregistrée commande un relais incorporé mis dans le circuit électrique d'un "embrayage-frein" électromagnétique, provoquant l'avance ou l'arrêt du chariot répartiteur des billes. Pour obtenir à la fois un positionnement très précis au-dessus d'un tube translucide et un déplacement rapide, le chariot est entraîné par une vis sans fin en intercalant l'embrayage-frein entre la vis et le moteur maintenu en rotation constante.

La plaque à histogramme comprend 70 tubes translucides soit 70 classes (3 tubes/cm). Puisque nous voulons $\ell n\ t$, sur la bande sont enregistrées des impulsions selon une progression géométrique ; le magnétophone à 4 vitesses 2,4 - 4,7 - 9,5 et 19 cm / s, permet avec différentes bandes le choix d'un grand nombre de raisons de la progression ; compte-tenu de la vitesse de déroulement de la bande magnétique et de la fréquence de répétition des cycles.

En pratique, on règle l'avance du chariot pour obtenir entre 20 et 30 classes ; la possibilité des 70 classes confère la souplesse nécessaire pour limiter les essais préliminaires ; en outre, au titre de contrôle, un compteur à imprimante pour dénombrer les "coups"(d'extension) et synchronisé avec l'avance du chariot enregistre le nombre de cycles effectif de chaque classe.

Les effectifs de "casses" $n_i$ correspondant à chaque classe sont traités par une calculatrice de table (Olivetti P602) pour donner $\ell n\ \ell n\ \{1/1 - F(n)\}$ et $\ell n(n)$, ce qui permet de tracer les courbes représentatives. En outre sont calculées également les valeurs médianes, vu les mérites que lui attribue KOUKINE, (1969) : "de calcul simple, peu influencée par les fluctuations des valeurs individuelles des observations, de grande stabilité".

Nous représentons alors $\ell n\ \ell n\ \{\frac{1}{1 - F(n)}\}$ en fonction de $\ell n(n)$.

Etant donnée l'incertitude concernant $t_{i2}$ (soit $n_{i2}$), nous avons également prévu des programmes nous donnant $\ell n\ (n - 16)$, $\ell n\ (n - 25)$, $\ell n\ (n - 36)$, $\ell n\ (n - 50)$, $\ell n\ (n - 75)$ et $\ell n\ (n - 100)$ à côté de $\ell n(n)$. Ces valeurs : 16, 25, 36...100 ont été choisies arbitrairement pour permettre par approximations successives d'atteindre au mieux la droite à 45°.

Nous discuterons de son influence, au paragraphe suivant.

Evidemment, rappelons qu'il faut utiliser des repères orthonormés (valeurs de $\ell n\ \ell n$ en ordonnée et de $\ell n$ en abscisse à la même échelle) pour obtenir une droite à 45°, que nous appellerons "droite caractéristique" par la suite.

## VII - 3. APPLICATION DE LA CORRECTION DE $t_{i2}$.

Lorsque l'effectif de l'échantillon est insuffisant, ou si l'échantillon n'est pas très homogène, il arrive que la série des points représentatifs dans le diagramme $\ell n\ \ell n\ \{1/R(N_i)\}$ en fonction de $\ell n\ (N)$ - "diagramme de WEIBULL" - prenne l'allure d'une suite de festons, voir par exemple fig. 26a page 108. Dans ce cas il est difficile de distinguer la position de la droite caractéristique. La conclusion logique serait :

1°) de refaire une nouvelle série d'essais,

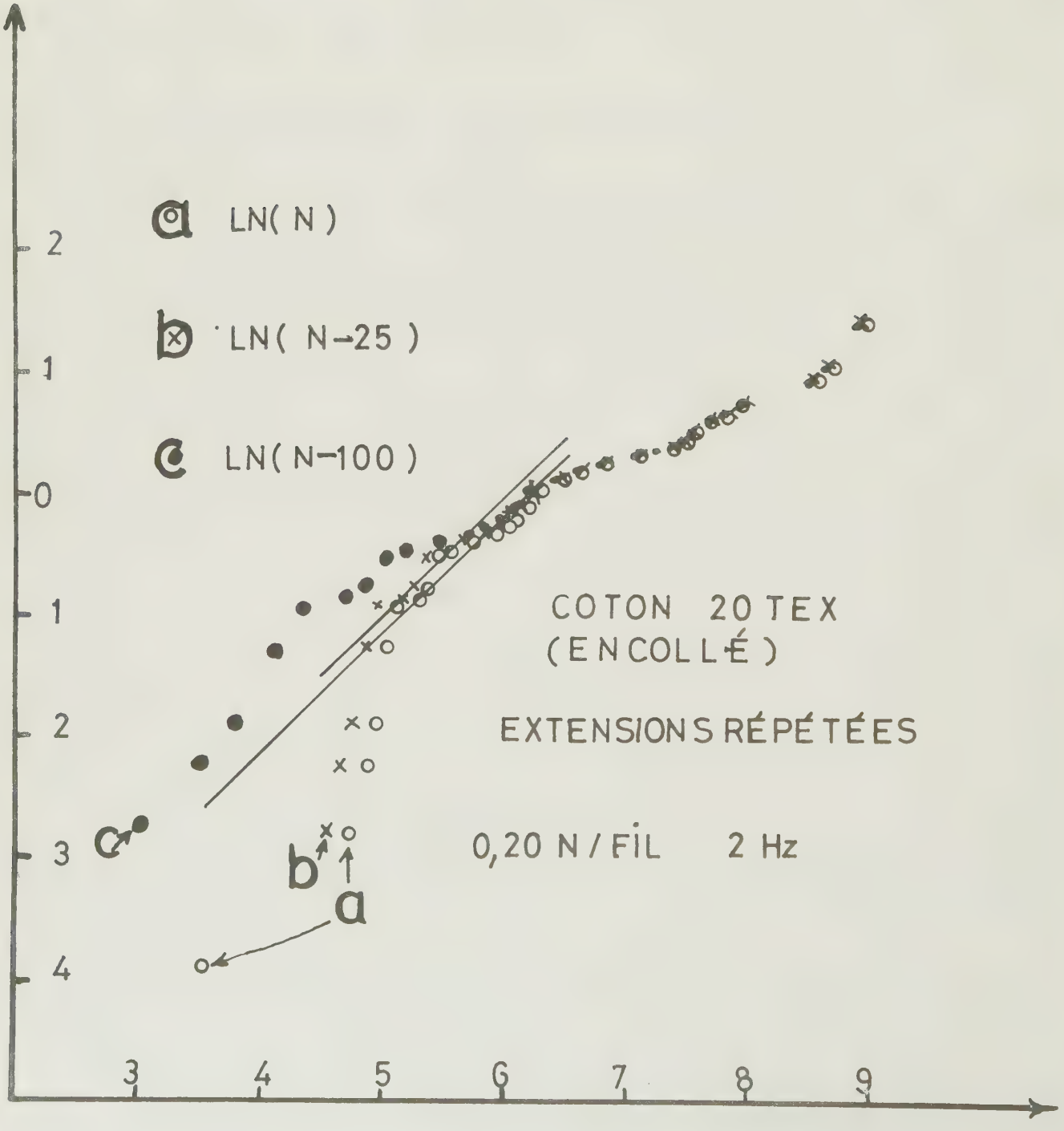
2°) de confronter les deux séries de résultats pour voir si l'échantillonnage est homogène ou représentatif,

3°) et s'ils ne sont pas significativement différents (par exemple au "test" de $\chi^2$), de grouper les résultats des deux mesures.

En général, en procédant ainsi on arrive à mieux discerner la position de la droite caractéristique.

...

Fig. 26


a LN( N )
b LN( N-25 )
c LN( N-100 )
COTON 20 TEX
(ENCOLLÉ)
EXTENSIONS RÉPÉTÉES
0,20 N / FIL 2 Hz
2
1
0
1
2
3
4
3
4
5
6
7
8
9

Si toutefois il n'en était pas ainsi, ou s'il n'était pas possible de refaire une série d'essais supplémentaires, il peut être d'un certain secours d'essayer de prendre $\ell n\ (N - N_i)$ en faisant varier - arbitrairement - $N_i$ dans une gamme de valeurs se situant au niveau de la première rupture (dans le cas 26a : pour $e^3 - e^4$) ; nous choisirons alors par exemple $N_i = 25$ (26b) et $N_i = 100$ (26c). Ce ne sont, bien sûr, que les premiers points qui se trouvent déplacés notablement, mais si $N_i$ n'est pas trop élevé, les points obtenus se regroupent davantage vers la droite caractéristique.

Dans le cas de la figure 26, où nous ne disposions que d'un échantillonnage restreint, l'ajustement avec $N_i = 25$ semble préférable à celui avec $N_i$ 100. La droite caractéristique se situerait donc, entre les deux parallèles à 45°.

Evidemment, ce procédé ne peut remplacer l'information que donneraient des effectifs plus importants, et il ne peut être considéré comme remède absolu...

C'est la raison pour laquelle nous essayons de travailler autant que possible avec des effectifs de 150 et même parfois jusqu'à 300 : il est alors beaucoup plus aisé de tracer sans hésitation la droite caractéristique, comme nous le verrons dans quelques exemples rapportés ci-après.

## VII - 4. QUELQUES EXEMPLES TYPIQUES D'APPLICATION.

### VII - 4. 1. Cas de filés de coton : abrasion.

Il s'agit : de filés de coton (Upland, des Etats-Unis d'Amérique) de 25 tex, encollés. On effectue des essais d'abrasion sur lame d'acier, en appliquant une tension statique de 10 cN/fil ; deux fréquences sont choisies : 0,5 Hz (127 éprouvettes) et 3 Hz (238 éprouvettes).

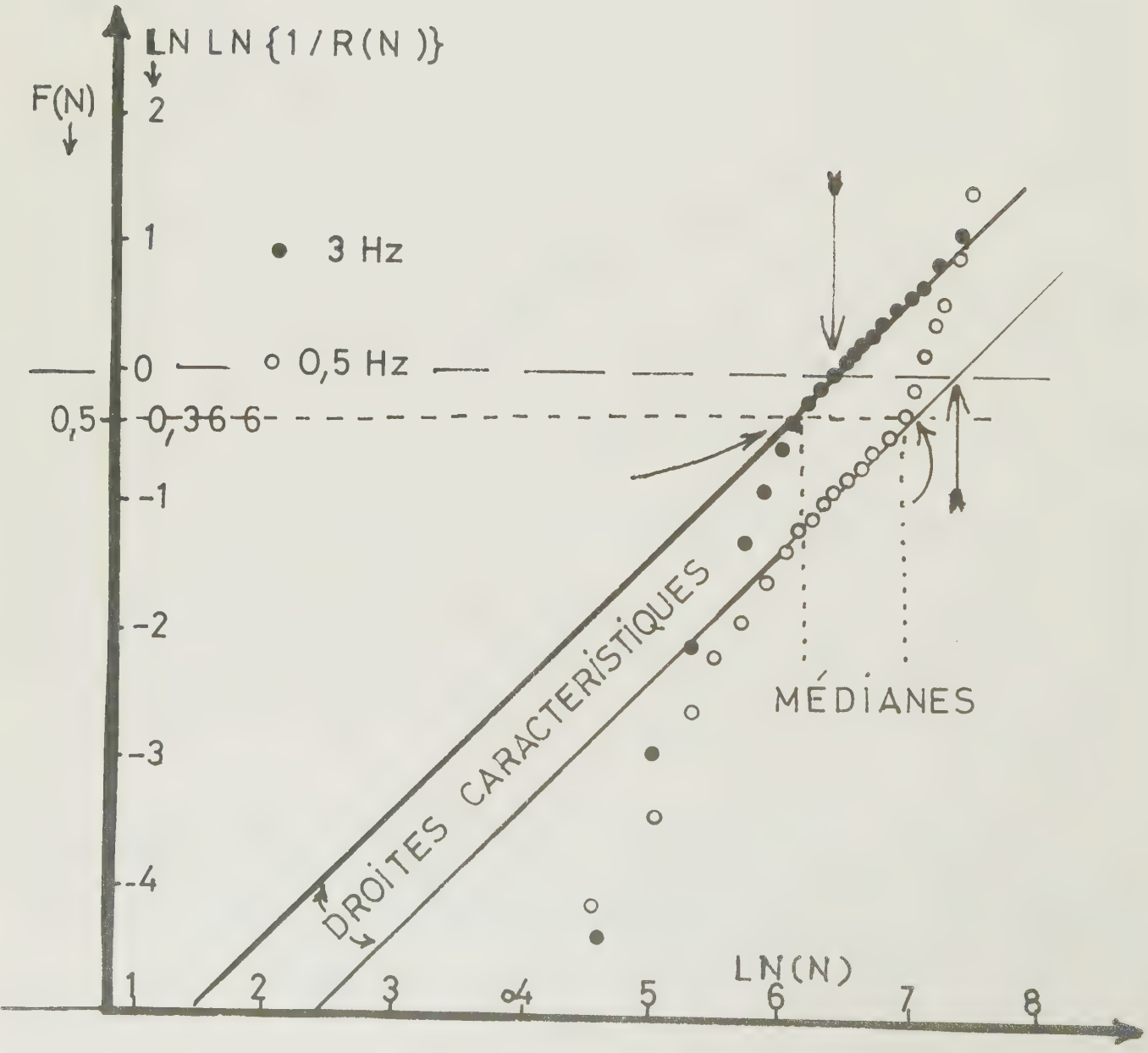
La figure 27 page 110 collationne les résultats sous forme graphique. Au changement de cadence, correspond un changement de niveau de sévérité : on peut repérer les droites caractéristiques à 45° par leurs intersections (marquées d'une flèche verticale à chaque fois) avec l'abscisse d'ordonnée 0 (en trait

...

# Fig 27

ABRASION COTON FILES DE 25 TEX

10¢ N / FIL



discontinu), ou encore (flèches courbes) avec l'abscisse d'ordonnée - 0,366 (ligne en tirets courts) correspondant à F(N) = R(N) = 50 % ($\ell n\ \ell n\ (1/0{,}5) = -0{,}366$). Dans ce dernier cas, ces points d'intersection se confondent avec les médianes. Ce sera chaque fois le cas, quand les points figuratifs des ruptures cumulées, seront encore sur la droite caractéristique pour F(N) = R(N) = 0,5.

Cela arrive assez souvent, et cela justifierait le choix de la médiane en tant que caractéristique de la tenue à la fatigue, comme l'avait proposé KOUKINE (1969), après avoir essayé d'autres paramètres. Nous-mêmes avons également travaillé avec les médianes (voir : EXBRAYAT, 1970),bien que parfois on ait des difficultés d'interprétation, pour des cas particuliers comme les filés de mélange de fibres : c'est ce que nous examinerons au paragraphe suivant :

## VII - 4. 2. Cas de filés : "mélange de fibres".

On peut se demander ce qui se passe dans le cas de filés composés d'un mélange de fibres naturelles et chimiques comme cela devient de plus en plus fréquent aujourd'hui.

Nous avons donc essayé un mélange LAINE-POLYESTER (55 - 45) et contrôlé sa tenue aux extensions répétées (voir figure 28 page 112).

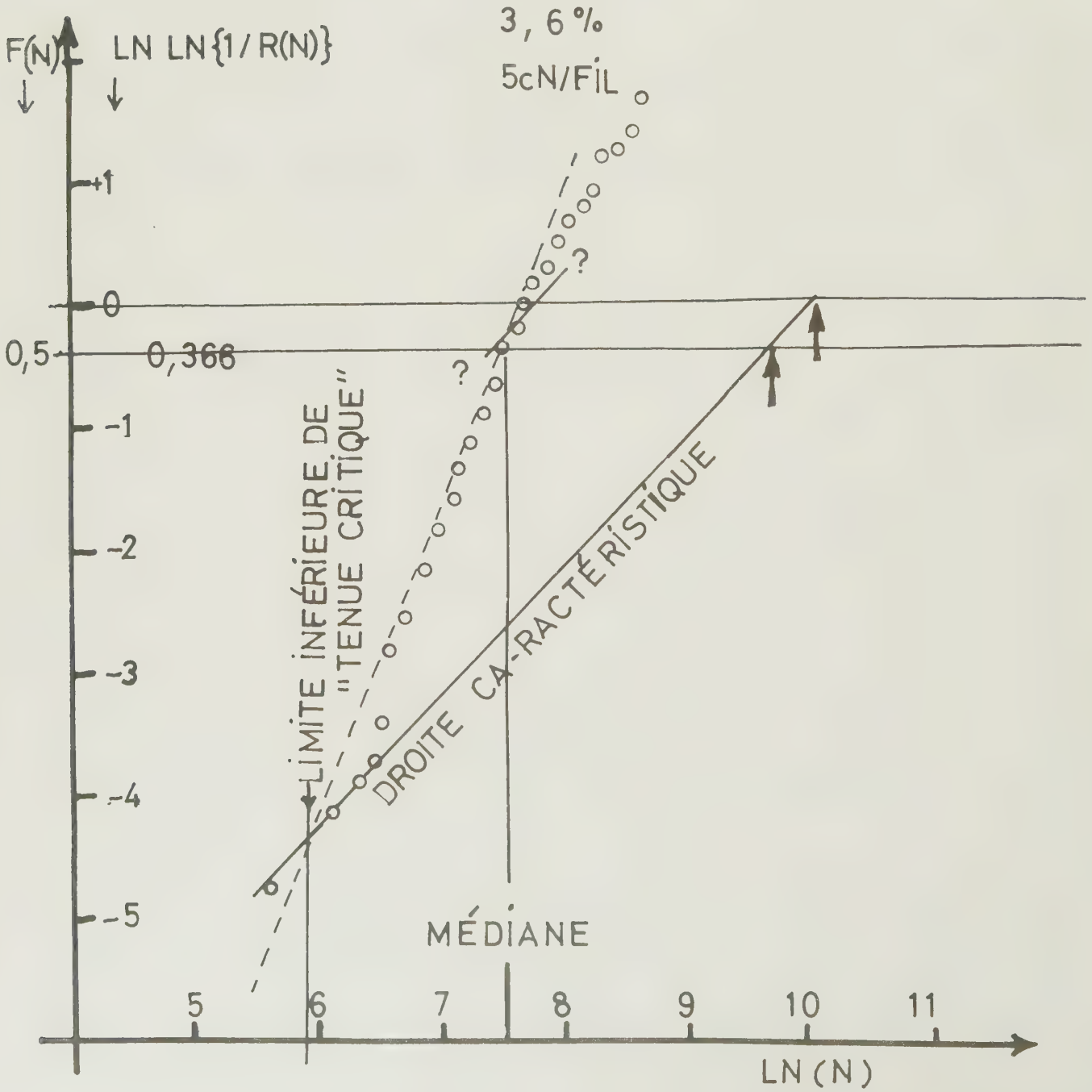
D'après l'allure de la suite des points, il ne semble pas qu'il y ait des ruptures selon le premier mécanisme, et que celles-ci correspondent de suite à l'allure du second mécanisme. Le fait du mélange laisse aussi supposer qu'un des composants réagisse d'abord. Toutefois comme la répartition des fibres dans la section est régie par la souplesse (module initial et finesse) et le hasard, et en outre puisque selon la position des fibres dans la section, elles sont plus ou moins déformées par la torsion, il en résulte qu'elles sont aussi plus ou moins sollicitées par les extensions répétées en fonction de leur position. On peut alors s'attendre à l'apparition de deux tronçons à 45° à deux droites caractéristiques, la deuxième étant beaucoup plus amortie, plus estompée, (marquée?figure 28 page 112) du fait des interactions des divers mécanismes jouant différemment pour les deux matériaux.

...

# Fig. 28

LAINE-POLYESTER 55-45

EXTENSIONS RÉPÉTÉES



En pratique, c'est la première manifestation de la fatigue qui importe; aussi, ne nous attacherons nous qu'à la première droite caractéristique.

Dans le cas qui nous intéresse, le point d'intersection de celle-ci avec l'abscisse d'ordonnée - 0,366 (F = 0,5) est notablement différent de celui de la médiane (figure 28).

Cette première droite caractéristique reste le repère correct du niveau de sévérité ; la médiane donne une idée de la "tenue moyenne" de ce fil mélange : il reste à préciser comment définir la "tenue" à la fatigue.

Compte-tenu du fait que ce qui importe, c'est davantage le début de l'apparition des casses "catastrophiques" qu'une"moyenne",

Il semblerait rationnel de considérer l'allure selon le 3e mécanisme dans son début ; c'est pourquoi, nous proposons de considérer l'intersection de la ligne selon le 3e mécanisme et de la droite caractéristique comme *limite inférieure de "tenue critique"*, notamment dans les cas où le 3e mécanisme semble dominer.

Ceci nous conduit à considérer les cas particuliers où le 3e mécanisme semble régir le comportement observé :

VII - 4. 3. Exemple de "flexabrasion".

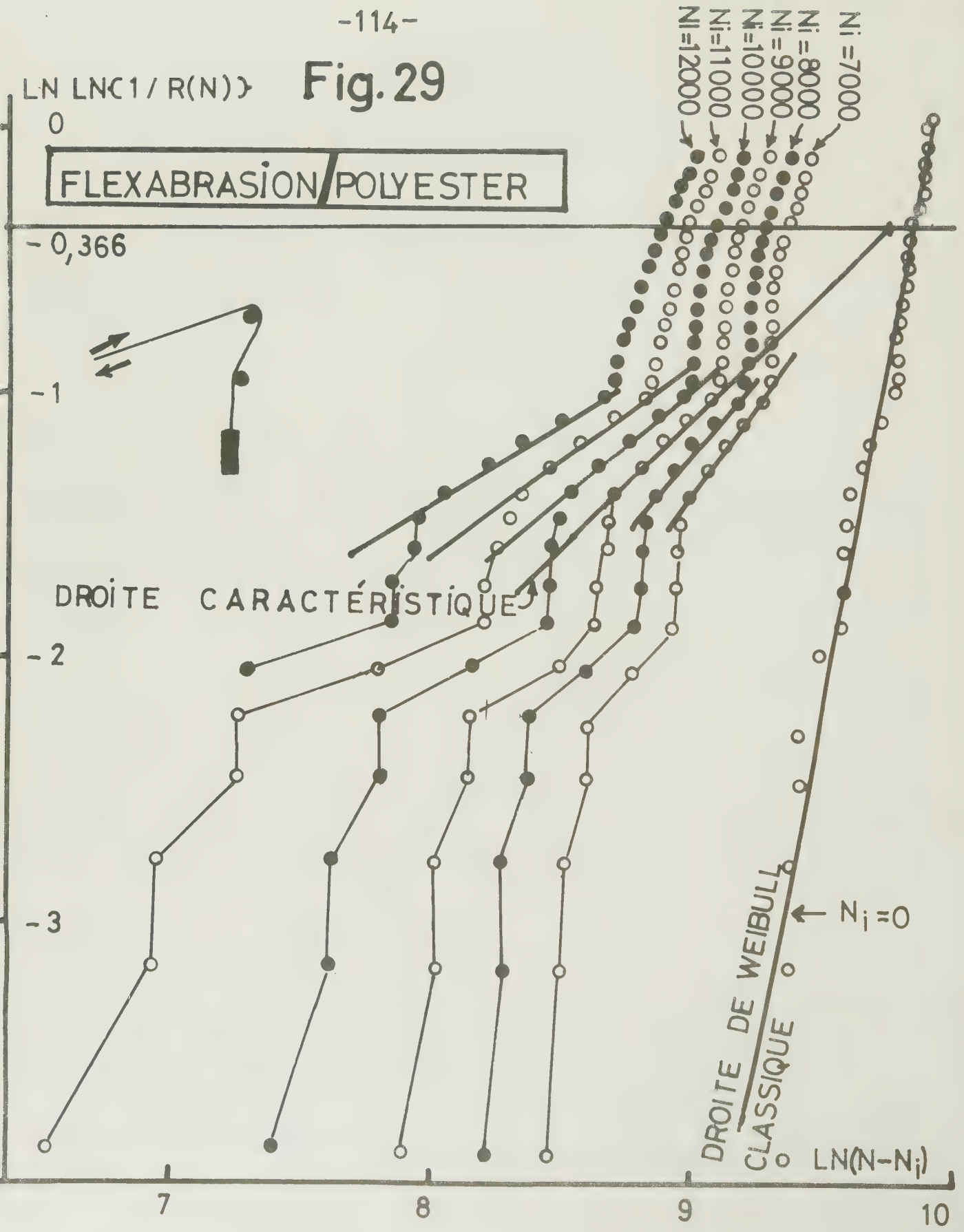
Nous avons choisi cet exemple parmi d'autres qui donnent des "courbes" de même allure, pour deux raisons : d'abord parce que c'est un cas typique où le 3e mécanisme *semble* être le seul à jouer, et ensuite - accessoirement - parce qu'il s'agit d'une sollicitation mixte où la flexion et l'abrasion interviennent avec une importance relative de même ordre :

En effet, dans cette suite de points figuratifs

1°) ceux-ci se situent tous dans une zone étroite avec un écart entre les valeurs extrêmes de nombres de cycles nécessaires aux apparitions de la première et de la dernière défaillances correspondant à environ une puissance de e (fig. 29a p. 114), et de ce fait la courbe "moyenne" (ou "droite de WEIBULL", en représentation classique dans un tel cas), est de pente très forte.

...

# Fig. 29


LN LN(1 / R(N))
0
FLEXABRASION / POLYESTER
- 0,366
-1
-2
-3
DROITE CARACTÉRISTIQUE
Ni=12000
Ni=11000
Ni=10000
Ni=9000
Ni=8000
Ni=7000
Ni=0
DROITE DE WEIBULL CLASSIQUE
LN(N-Ni)
7
8
9
10

2°) les défaillances n'apparaissent que tardivement, cela signifie que l'épreuve n'est pas très sévère : on peut penser que la sollicitation est trop faible pour provoquer une rupture rapide selon le premier mécanisme (les contraintes sont inférieures à la contrainte-seuil nécessaire au développement d'une faille ou d'une fissure préexistante) et ce ne serait qu'après par exemple la rupture de liaisons covalentes (par effet thermique du frottement intérieur) qu'un glissement, qu'une dislocation suffisants se fassent pour amorcer le mécanisme de rupture, dans le sens du 3e mécanisme après "fatigue du matériau".

Toutefois, même dans ce cas, la rupture se fera d'une manière priviligiée aux places faibles initiales, donc du type 1er mécanisme, mais avec $t_{i1}$ ($N_{i1}$) assez élevé ; puis aux places faibles qui se créent au fur et à mesure de la répétition de la sollicitation, donc selon le 2d mécanisme, mais avec $t_{i2}$ ($N_{i2}$) probablement du même ordre de grandeur et enfin le 3e mécanisme proprement dit se manifestera avec $t_{i3}$ ($N_{i3}$) peut être aussi relativement proche de $t_{i2}$ ($N_{i2}$).

L'exemple retenu (figure 29) consiste à effectuer sur fibres individuelles de polyester, des flexions avec frottement simultané sur un fil d'acier ; la tension "statique"donnée est de 1cN/tex : c'est donc un essai relativement peu sévère. L'appareil ne permettant de traiter que 25 éprouvettes à la fois, nous ne disposions que de 2 séries de 25 résultats chacune, et que nous avons groupés en une série unique pour avoir un effectif plus nombreux bien qu'encore réduit. A cause de l'évolution dans le temps du fil d'acier, nous n'avons pas voulu prendre en considération plus de deux séries.

La figure 29 illustre comment nous avons traité ce cas.

La suite des points représentatifs selon 29a, avec sa "droite de WEIBULL" correspond à la représentation classique de cette distribution ; si l'on admet que seul le 3e mécanisme entre en jeu, cette droite représenterait alors le comportement selon ce troisième mécanisme.

Si au contraire, suivant nos hypothèses, le second mécanisme doit aussi se manifester, il faut alors procéder par approches successives en choisissant des $N_i$ proches de la valeur correspondant à la première défaillance (= $N_{D1}$ = 11700, soit : $\ell n\ (N_{D1}) = 9{,}37$) : 29b : $N_i$ = 7000 ; 29c : $N_i$ = 8000 ; 29d : $N_i$ = 9000 ; 29c : $N_i$ = 10000 ; 29f : $N_i$ = 11000 ; 29g : $N_i$ = 12000.

...

Dans chaque cas, on retrouve une région qui semble relever du second mécanisme (mises en évidence dans la figure 29 par les droites) : ces droites ont une pente variable d'autant moins abrupte que $N_i$ est plus élevé ; il suffit de choisir la droite qui a une pente de 45°, pour avoir la droite caractéristique : c'est la ligne 29d.

Cette méthode parait longue, mais en prévoyant un programme de calculatrice avec plusieurs $N_i$ possibles, et en utilisant une grille avec des lignes horizontales de $\ell n\ \ell n\ \{1/R(N)\}$ correspondant à F(N) avec N (en %) de valeurs suivantes : 1, 2, 3, 4 ... 48, 49, 50, 52, 54, 56 ... 90, 95, le travail se trouve très simplifié et les tracés de points sont relativement rapides.

Remarque : Malgré le nombre restreint de mesures et malgré le groupage de deux séries consécutives d'essais, l'exemple de la figure 29 (page 114) illustre les possibilités de cette technique.

Remarque : Le second mécanisme dont on détermine ainsi la droite caractéristique, pourrait être considéré comme "second sous-mécanisme" dans une phase régie apparemment par le 3e mécanisme de rupture.

## VII - 5. CONCLUSIONS SUR L'INTERPRETATION DES RESULTATS.

Essayons de faire le point concernant la méthode d'interprétation de résultats de tenue à la fatigue, quel qu'en soit le type (abrasions, extensions répétées, flexions, ou combinaison entre elles).

### VII - 5. 1. Nombre d'essais.

Pour faciliter l'interprétation, il est préférable de disposer d'effectifs assez nombreux (50, 100, 150 voire 300).

### VII - 5. 2. Effet de Sévérité.

Selon l'ordre d'apparition des défaillances, donc selon la sévérité des essais de fatigue, on peut rencontrer deux cas types, quand on porte $\ell n\ \ell n\ \{1/R(N)\}$ en fonction de $\ell n\ (N)$ :

...

1°) fatigue "sévère", c'est-à-dire celle pour laquelle les ruptures apparaissent déjà après un nombre de cycles relativement faible (une centaine, pour donner un ordre de grandeur) ; dans ce cas, la droite caractéristique se trouve d'autant plus aisément qu'elle se situe au niveau de la médiane (ligne d'abscisses d'ordonnée : - 0,366).

Si pour une raison ou une autre (effectif trop faible, mauvaise représentativité de l'échantillon, épreuve conduite dans des conditions de sévérité quelque peu variable d'un cycle à l'autre, etc...) il y aurait des hésitations pour situer la droite caractéristique, il peut être d'un certain secours de procéder comme dans le cas suivant : en portant $\ell n\ \ell n\ \{1/R(N)\}$ en fonction de $\ell n\ (N - N_i)$ en choisissant des $N_i$ convenables.

2°) fatigue "peu sévère" pour laquelle les premières défaillances n'apparaissent qu'après plusieurs centaines voire plusieurs milliers de cycles ou davantage encore. Dans ce cas, pour trouver la droite caractéristique, il est indispensable de passer à $\ell n\ (N - N_i)$ ; d'après notre expérience, il faut plutôt chercher : $N_i$ vers : 4/5 $N_{D1}$, 3/4 $N_{D1}$ ou 1/2 $N_{D1}$, $N_{D1}$ étant le nombre de cycles nécessaires à l'apparition de la première défaillance. On peut alors discerner des successions de points en ligne droite : on retient celle qui donne une droite à 45°, ce sera la droite caractéristique ; si aucune d'elles ne correspond à 45°, on modifie $N_i$ dans le sens qui tend à ramener la droite caractéristique vers sa pente correcte à 45°.

## VII - 5. 3. Définition de la Sévérité de la fatigue.

La sévérité de la fatigue pour un matériau donné, se laisse le mieux décrire à partir du second mécanisme, qui lui se définit par la droite caractéristique. Comme cette droite se trouve toujours à 45° on peut choisir un point d'intersection particulier pour la repérer. Logiquement on a le choix entre l'abscisse d'ordonnée 0 et celle d'ordonnée - 0,366 correspondant à la médiane. Puisque d'une part, il arrive encore assez souvent que la médiane se situe parmi les points représentatifs qui sont sur la droite caractéristique, et que d'autre part, la médiane est le paramètre de centrage que plusieurs auteurs considèrent pour caractériser la fatigue, nous penchons plutôt vers cette dernière solution.

...

Le niveau de sévérité de fatigue pour un matériau donné serait alors défini par la droite caractéristique, repérée par son intersection avec l'abscisse d'ordonnée - 0,366 qui serait alors un repère ponctuel de ce niveau de sévérité.

Pour repérer le niveau de sévérité d'un essai "à l'usage" (ou mieux : "en fabrication" : métiers à tisser, par exemple) on procèdera de façon analogue, et il sera nécessaire de connaître la distribution des "défaillances" dans le temps (sollicitations périodiques), afin d'établir une courbe de fatigue et de déterminer la droite caractéristique de référence correspondante.

Pour reproduire la même sévérité au laboratoire, il faut ajuster le réglage de l'appareil de simulation, ou éventuellement combiner une sollicitation supplémentaire, jusqu'à l'obtention d'une droite caractéristique suffisamment proche de la droite caractéristique de référence en travaillant sur le même matériau.

Eventuellement, il sera en outre nécessaire de comparer ce que nous avons appelé les"limites inférieures de tenue critique" (c'est-à-dire l'intersection entre la droite correspondant au troisième mécanisme et la droite caractéristique correspondant au second mécanisme) pour s'assurer de l'équivalence entre la sollicitation à l'usage et la sollicitation de simulation.

VII - 5. 4. Définition de la tenue à la fatigue.

D'une façon générale, on peut la définir par la droite caractéristique obtenue dans les conditions de fatigue bien déterminées.

De deux ou plusieurs matériaux à comparer dans leurs tenues à une épreuve bien définie de fatigue, celui dont le repère ponctuel de la droite caractéristique sera le plus élevé, résistera le mieux à la fatigue.

Si deux ou plusieurs matériaux à comparer,se comportent de façon telle que leurs droites caractéristiques sont confondues, les "limites inférieures de tenue critique" peuvent permettre la distinction.

Si les droites caractéristiques et les limites inférieures de tenue critique sont très voisines, on peut comparer les points correspondants au premier mécanisme par un "test" de $\chi^2$ par exemple ; s'il y a différence significative cela pourrait signifier que l'un des matériaux présente des défauts initiaux - de surface probablement - plus nombreux ou plus importants que les autres.

...

C'est ce qui peut se passer par exemple lorsqu'un échantillon de fibres a été manipulé de manière inconsidérée par un opérateur non averti, bien qu'en général, dans ce cas, toute la distribution des défaillances en soit affectée.

---

## VIII - CONCLUSIONS GENERALES

(résumé, discussion, conclusion)

Nous avons construit notre thèse sur la fatigue textile à partir d'une hypothèse de travail concernant les incidences de sollicitations rhéologiques sur les structures des matériaux textiles.

Pour résumer, nous dégagerons d'abord des faits communs concernant l'ensemble, les fibres. Les matières textiles se composent :

- d'une "peau" extérieure dont les constituants polymères sont plutôt orientés radialement, présentant des microfissures, microcraquelures et micropores en direction centripète,

- d'un "coeur" (ou plutôt : "corps") correspondant à l'essentiel de la masse de matière, où les constituants polymères sont orientés préférentiellement dans le sens longitudinal pour donner entre autres des régions fortement organisées : les cristallites et de manière plus ou moins nette des réseaux fibrillaires, ou des feuillets, entre lequels se trouvent des macromolécules moins ordonnées constituant des "ciments" ; au sein de ce "coeur" existent des microfailles, craquelées ou non, (probablement plutôt aux interfaces - fibrilles - ciments) et des microcavités (au sein des domaines amorphes).

Sous l'effet d'une charge (contraintes extérieures), les contraintes internes engendrées sont réparties de façon non homogène pour se concentrer notamment au voisinage des "trous" existants et plus particulièrement aux sommets des failles orientées radialement.

Nous avons montré du moins dans le cas de la laine, que les parties cristallines ne sont pas déformées par étirement (même jusqu'à 30 %), mais que par étirement la capacité de sorption de vapeur d'eau augmente.

Nous avons également pu mettre en évidence que par suite de sollicitations répétées la porosité des fibres est modifiée : le nombre (le volume global) de pores de faible diamètre (0,8 nm) accessibles à l'eau diminue, tandis que celui de pores à diamètre plus élevé (27 nm) augmente.

...

Mais nous avons supposé que le mécanisme de la fatigue est en relation avec celui de la formation ou du développement de défauts superficiels (fissure) ou dans le coeur (cavités) selon des cinétiques différentes :

1°) La fissure radiale se développe rapidement si la contrainte locale dépasse la valeur critique (critère de GRIFFITH) puisque l'orientation de cette fissure par rapport au champ de contrainte est favorable à un tel développement rapide, c'est ce que nous avons appelé le premier mécanisme qui ne se manifeste qu'au début de la fatigue pour autant que les fissures suffisamment importantes préexistent.

2°) La formation de microcavités, de dislocations par glissement dans le coeur, dans une répartition au hasard, se fait plus lentement plus progressivement jusqu'à la taille critique, ce qui conduit à l'apparition des défaillances bien réparties dans le temps, c'est le second mécanisme.

3°) Quand cette formation de microcavités, de dislocations par glissement (par exemple, après rupture de liaisons covalentes) est générale dans le coeur, il suffit alors de peu de sollicitations supplémentaires pour provoquer un développement catastrophique rapide un peu n'importe où : c'est le phénomène de la fatigue selon le sens classique en résistance des matériaux, et qui correspond à ce que nous avons appelé le troisième mécanisme.

D'un point de vue statistique, pour chacun des mécanismes, on peut définir un taux instantané de défaillances caractéristique

$$h(t) = \frac{d\,F(t)}{1 - F(t)} = \frac{d\,F(t)}{R(t)}$$

en appelant : F(t) la fonction de probabilités totales (cumulées) des défaillances depuis l'origine jusqu'au temps t et R(t) la fonction de "survie" R(t) = 1 - F(t).

Pour le premier mécanisme h(t) serait une fonction décroissante avec le temps, pour le second, h(t) pourrait être proportionnel au temps, et pour le troisième h(t) croîtrait avec le temps.

Comme le démarrage des apparitions de défaillances correspondant à chacun de ces mécanismes, n'a pas lieu avant un certain temps $t_i$, la loi de WEIBULL semble le mieux convenir à l'expression de R(t)

soit $R(t) = e^{-\left(\frac{t - t_i}{a}\right)^{\beta_i}}$ pour les trois cas, avec $0 < \beta_1 < 1$, $\beta_2 = 1$ et $\beta_3 > 1$.

...

De ce fait, nous avons jugé le second mécanisme comme étant celui qui régit la fatigue, le premier étant davantage lié à l'existence de défauts initiaux superficiels à considérer comme "accidents", et le dernier mécanisme n'intervenant que quand la matière est déjà fatiguée.

Ceci nous a permis de définir une droite caractéristique de la fatigue de pente 1, traduisant l'allure du second mécanisme en représentation de $\ell n\ \ell n\ \{1/R(t)\}$ en fonction de $\ell n(t)$,

Comme de plus la médiane correspond à $R(t) = 0,5 = F(t)$ soit $\ell n\ \ell n\ \{1/R(t)\} = - 0,366$, nous pouvons définir la fatigue par un repère ponctuel : l'intersection de la droite caractéristique avec la ligne d'ordonnée - 0,366.

Généralement, pour les essais de fatigue "normale", les premières défaillances apparaissent avant une centaine de sollicitations répétées, ce qui fait que $t_{i2}$ peut être assimilé à 0, et effectivement dans la plupart des cas on peut aisément discerner ce qui correspond à la droite caractéristique.

Dans le cas d'essais peu sévères, les premières défaillances n'apparaissent qu'après quelques milliers, voire dizaine de milliers de cycles ; en représentation en fonction de $\ell n(t)$, le groupage des points qui en résulte ne permet plus de reconnaître la droite caractéristique ; il faut donc rechercher $t_i$, pour lequel la représentation en fonction de $\ell n\ (t - t_i)$ donne une droite à 45° qui devient la droite caractéristique.

Que $\beta_2$ (pour le second mécanisme) soit égal à 1, n'est en fait qu'une hypothèse très probable. Toutefois, l'expérience acquise dans le cas d'essais de fatigue relativement sévère par abrasion, par extensions et par flexions répétées nous ont permis de constater systématiquement l'existence d'un tronçon de graphe à 45° ce qui confirmerait cette hypothèse.

Un autre argument, c'est que le phénomène de la fatigue avec ses trois mécanismes semble très général.

Ainsi dans ce qui intéresse la vie, on peut distinguer trois allures de défaillances (mortalité ou maladie)

- la prime jeunesse : le nouveau-né présentant un défaut congénital et placé dès sa naissance dans des conditions normales, ne survivra que quelques jours

...

par contre les chances de survie des nouveaux-nés en général, sont d'autant plus grandes qu'ils ont survécu pendant les premières semaines ; la mortalité en très bas âge correspond à notre premier mécanisme,

- la vie active normale : pendant laquelle une lésion initiale ou acquise devient fatale : c'est le second mécanisme,

- la sénélité : où divers organes "fatigués" confèrent une résistance amoindrie aux sollicitations extérieures et où la"défaillance" apparaît subitement : c'est le troisième mécanisme.

Mais également dans le domaine matériel l'étude de la fiabilité des appareils, correspond à celle de la fatigue : Il est traditionnel de définir la fiabilité(angl. : reliability) par la"probabilité qu'un système ou un appareil assume sans défaillance la fonction à laquelle il est destiné pendant une période donnée t sous des conditions de fonctionnement spécifiées" (c'est un"niveau de sévérité") le plus souvent décrite par la fonction $R(t) = e^{-\lambda t}$ (R comme "Reliability"!) c'est-à-dire celle qui correspond à ce que nous appelons le second mécanisme.

Dans ce même ordre d'idée, il est par exemple bien connu qu'en fabrication de lampes et de tubes électroniques l'on éprouve toute la production par une mise sous tension pendant quelques dizaines d'heures, pour éliminer ceux qui ont un défaut initial tel, qu'ils ne durent qu'un temps bref (ce qui correspond au premier mécanisme) et après quoi leur durée de vie "commerciale" suit une loi exponentielle (qui correspond au second mécanisme). Après quelques milliers d'heures de service, les défaillances apparaissent selon un rythme accéléré (ce qui correspond au 3e mécanisme).

Par conséquent, cette allure en "trois mouvements" de la manifestation de la fatigue semble d'une généralité qui dépasse le domaine textile. Il est remarquable de noter que dans l'ensemble et quel que soit le domaine d'application, les auteurs aient le plus souvent cherché à représenter les comportements par une seule loi et se soient heurtés systématiquement à la difficulté des ajustements. Pourtant une décomposition telle que nous la proposons permettrait d'analyser plus rationnellement la tenue à la fatigue et peut-être même d'indiquer l'origine (dans le temps) d'une cause de fatigue ; en outre serait-il possible de donner

...

une définition fonctionnelle de sa sévérité par la droite caractéristique et son repère ponctuel,

comme aussi une caractérisation logique de la tenue à la fatigue par rapport à une droite caractéristique de référence, ou éventuellement aussi par la "limite inférieure de tenue critique".

Ces bases étant ainsi jetées, il serait encore loisible de rechercher les corrélations possibles entre différentes conditions de sollicitation et l'évolution des droites caractéristiques (ou de leurs repères ponctuels) et de définir des niveaux de sévérité équivalents pour des sollicitations de nature différente : c'est le champ de travail qu'ouvre cette nouvelle hypothèse de travail.

---

# ANNEXE 1 (A1)

## ETUDE DE LA "SORPTION" GAZEUSE PAR LES SOLIDES POREUX

### PRINCIPE : ADSORPTION SUPERFICIELLE.

D'une manière classique, on s'intéresse à la surface accessible que l'on détermine par adsorption réversible des gaz et vapeurs. Bien que ces techniques soient appliquées depuis longtemps déjà, elles font encore l'objet d'études et d'affinements (voir par exemple EVERETT, 1969, ou JOVANOVIC, 1970) ; l'ensemble de ces méthodes repose sur l'hypothèse de LANGMIUR, modifiée plus ou moins :

Selon LANGMIUR il existerait à toute température un équilibre dynamique entre les molécules adsorbées et les molécules de la phase gazeuse : la vitesse d'adsorption, proportionnelle à la surface libre et à la pression, est égale à la vitesse de désorption, proportionnelle à la surface recouverte d'absorbat soit :

$a\ (1 - \theta)\ p = b\ \theta$, où $\theta$ = fraction de surface recouverte à la pression p, a et b étant des constantes. On donne généralement une autre forme : le volume V adsorbé à la pression d'équilibre p au volume de gaz $V_M$ nécessaire pour recouvrir l'absorbant d'une couche monomoléculaire $V_m$, soit :

$$V/V_m = A_p/(1 + Ap) \quad \text{avec} \quad A = a/b$$

### L'EQUATION BET.

BRUNAUER, EMMETT et TELLER (d'où le nom B.E.T.) ont généralisé en admettant l'adsorption multimoléculaire : la vitesse d'évaporation des molécules adsorbées dans une couche, est égale à la vitesse de condensation de l'absorbat sur la couche précédente, en notant que la chaleur d'adsorption dans toutes les couches autres que la première est égale à la chaleur de liquéfaction de l'absorbat : si le nombre de couches n'est pas limité on obtient "l'équation BET" classique :

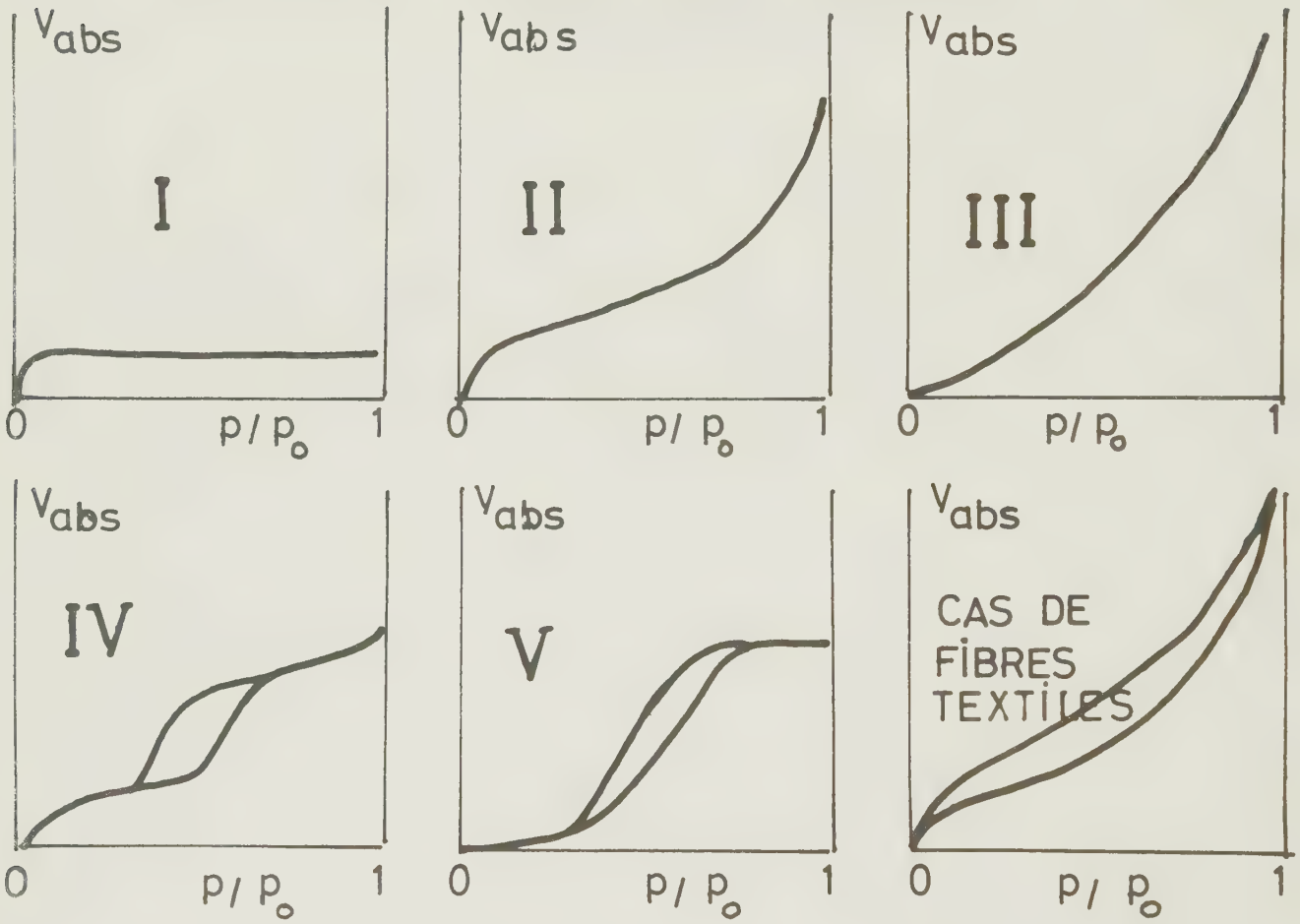
$$\frac{p}{V\ (p_o - p)} = \frac{1}{CV_M} + \frac{c-1}{cV_M} \cdot \frac{p}{p_o}$$

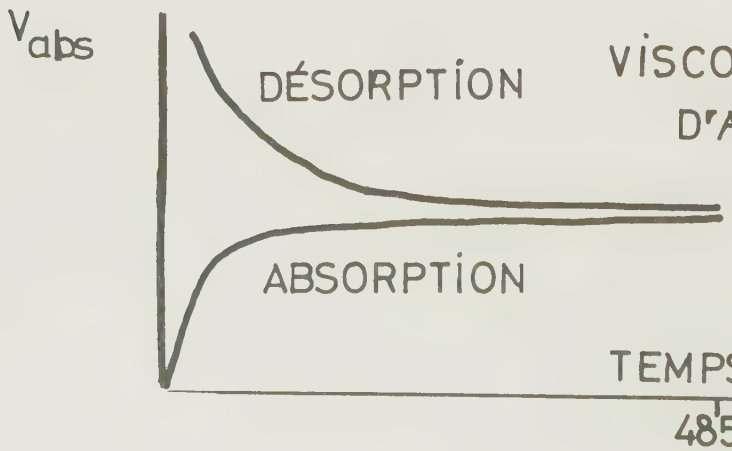
avec $p$ = pression d'équilibre d'adsorption,

$p_o$ = pression saturante de l'adsorbat, ...

# Fig. FA1

ISOTHERMES - TYPES SELON BRUNAUER




VISCOSE

D'APRÈS CHABERT, 1966

BULL. ITF n° 125

(V. 20 p 553-608)

$$c = \exp\left(\frac{E_1 - E_L}{R\,T}\right)$$

$E_1$ = énergie d'adhésion gaz-solide

$E_L$ = chaleur latente de liquéfaction

R = Constante des gaz parfaits

T = Température absolue.

CAS DE LA PRESENCE DE PORES.

S'il y a des pores le nombre de couches absorbées est limité ; en jouant sur la taille de l'adsorbat on peut approximer la taille des pores, sachant que dans ces pores l'adsorbat se trouve dans un état comparable à l'état liquide. A la désorption, l'absorbat liquide commence à s'évaporer lorsque la pression du gaz est abaissée à la vapeur p donnée par l'équation de KELVIN, si l'on peut assimiler le pore à un cylindre de rayon r

$$\log (p/p_o) = - (2\,\sigma\,V\cos\theta)/(2{,}3\,R\,T\,r) = - (k/r)$$

avec $\sigma$ = énergie superficielle de l'adsorbat liquide

$\theta$ = angle de mouillage

V = volume molaire de l'adsorbat liquide

k = constante (= 4,1 si l'adsorbat est l'azote et si r est exprimé en Å)

Depuis BRUNAUER S., DEMING L.S., DEMING W.E., et TELLER E. (1940) il est classique de considérer 5 types d'isothermes de sorption (figure FA1). Dans le premier cas, les pores sont petits ($r_{pore} \leq 1{,}5\ r_{adsorbat}$) et ne peuvent contenir qu'une seule épaisseur de molécules : c'est le cas envisagé par Langmuir, d'où le nom d'"isotherme de Langmuir" ou du type I.

Dans le second cas, l'isotherme révèle successivement une adsorption monomoléculaire puis multimoléculaire.

Si $E_1$ est nettement plus grand que $E_L$ la courbe prend une allure en S : c'est le type II.

Si $E_1$ et $E_L$ sont peu différents, on aura affaire au type III.

Si les pores sont grands, l'adsorption multimoléculaire sera suivie d'une condensation capillaire ; l'isotherme sera du type IV si $E_1$ est supérieur à $E_L$, et du type V si $E_1$ et $E_L$ sont voisins ; dans ces cas on observera en désorption une hystérèse significative de la présence de pores.

...

CAS DE FIBRES TEXTILES.

En fait, pour les fibres textiles on a affaire à des courbes en S avec une hystérèse importante (VI).

Dans le cas de matière hydrophile en atmosphère humide (sorption de vapeur d'eau), l'équilibre est très long à s'établir : si après 3 - 5 jours on tend vers un quasi-équilibre, des mesures fines (CHABERT) ont montré que la sorption (adsorption ou désorption) continue lentement même après 485 jours... (voir figure FA1). En pratique, on ne considère donc que les quasi-équilibres d'adsorption ou de désorption...

C'est pourquoi on travaille également avec l'azote auquel on peut reprocher de ne pas posséder une molécule sphérique, c'est pourquoi certains chercheurs lui préfèrent l'argon, le krypton ou l'hélium, à la température de l'azote liquide.

MESURES.

L'appareillage et les techniques de mise en oeuvre ont été décrites en détail par VIALLIER dans sa thèse (voir page 73 à 84).

Thèse de doctorat es sciences physiques ; année 1970 à Lyon (numéro d'ordre 660) sur :

Etude de la structure des fibres de cellulose régénérée par mesures d'absorption, par calorimétrie et par quelques techniques complémentaires.

# ANNEXE 2 (A2)

## DETERMINATION DE LA POROSITE PAR LA METHODE DITE D'EXCLUSION DE SOLUTE ("SOLUTE EXCLUSION").

### ORIGINE.

Cette méthode a été développée par STONE et SCALLAN 1967 et appliquée aux fibres cellulosiques destinées à la fabrication des papiers par STONE et d'autres collaborateurs (1968, 1969).

### PRINCIPE.

C'est l'application inverse du principe de la chromatographie par perméation de gel. En perméation de gel, le gel de porosité connue sert à séparer des molécules selon leur taille ; ici, on emploie des molécules de taille connue pour caractériser la structure poreuse d'un "gel" inconnu : les fibres.

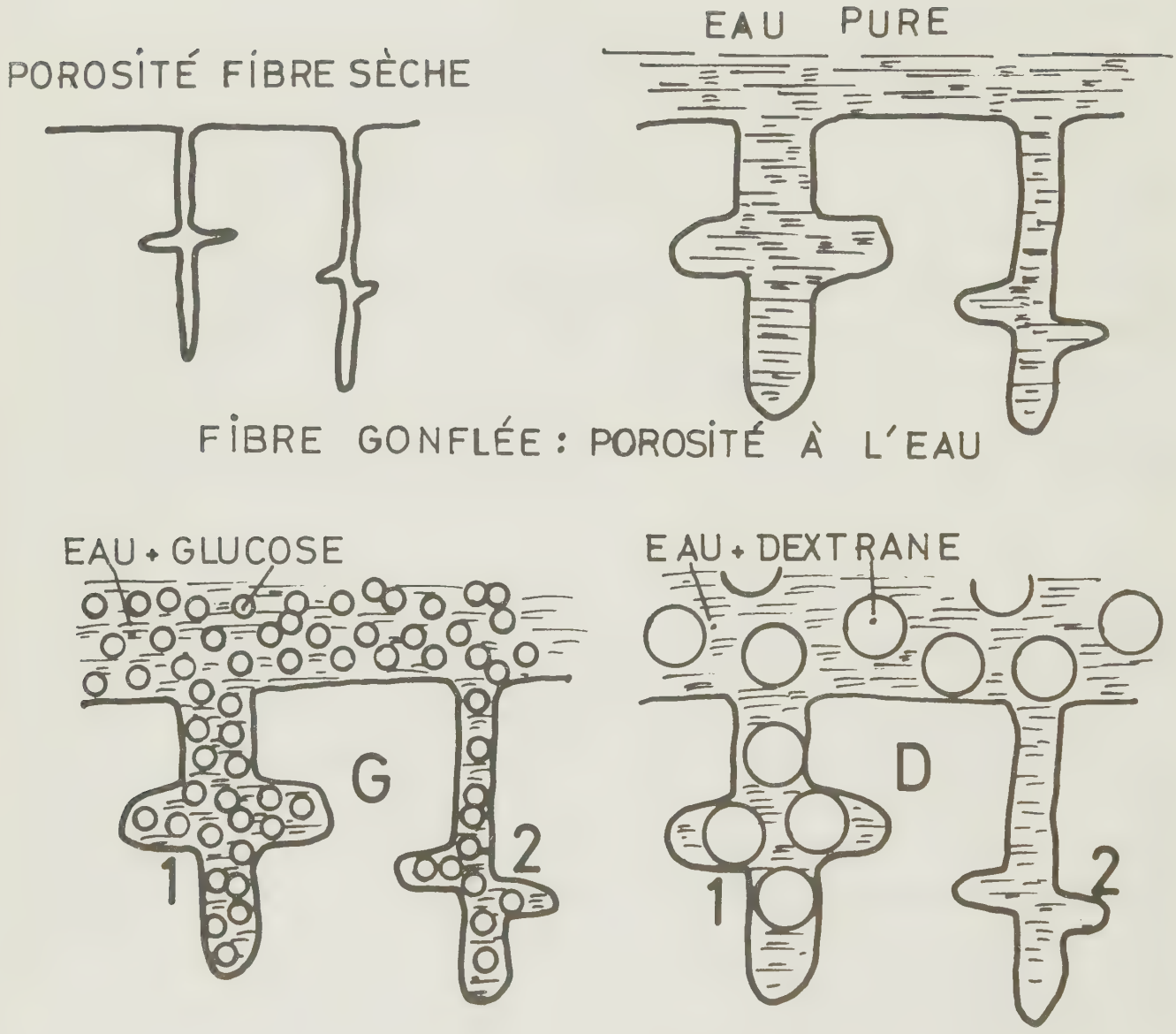
On équilibre donc les fibres avec une solution de molécules calibrées en diamètre hydrodynamique et on détermine la porosité par déduction, en mesurant la variation de concentration de la solution : le solvant seul (à l'exclusion du soluté) pénétrant dans les pores de diamètre inférieur à celui du diamètre hydrodynamique (on compte en fait : 1,5 fois ce diamètre pour que le soluté pénètre effectivement) (voir figure FA2 page A2/2). Le changement de concentration est à mesurer avec précision : cela se fait par les indices de réfraction suivis par interférométrie.

### APPLICATION PRATIQUE.

On dissout 1,5 g de dextrane dans 100 ml d'eau distillée, hors poussière de préférence.

Cette quantité de solution peut servir pour 4 déterminations. On engage 1,25 g soit de fibres gonflées d'eau, soit de fibres sèches dans la solution de dextrane (15 ml). Dans le premier cas, si le soluté pénètre aussi facilement que l'eau dans les pores des fibres on a affaire à une dilution, dans le deuxième cas on n'observe pas de changement de concentration.

...




# Fig. FA2

EN G: PÉNÉTRATION DANS 1 ET 2 PAR LE GLUCOSE
EN D: PÉNÉTRATION DANS 1 seul PAR LE DEXTRANE

Si le soluté ne pénètre pas dans les pores des fibres, dans le premier cas on n'observera pas de changement de concentration, et dans le deuxième cas, on constatera une augmentation de concentration.

Bien entendu, les pesées doivent être effectuées avec soin : flacon, flacon + fibre, flacon + fibre + solution de dextrane.

On prépare en parallèle deux témoins, sans fibre, comme référence.

Après équilibre de température (on travaille dans une pièce thermostatée à 20,0° ± 0,1°C) atteint en une heure environ, on fait la mesure de la concentration de la solution "surnageante" par l'interférométrie qui permet de repérer des différences d'indice d'une solution (qui a été en contact avec les fibres) en fonction de sa concentration par rapport à une solution-témoin : la différence de marche de deux faisceaux lumineux varie suivant la différence d'indice des solutions dans les 2 cuves de l'interféromètre et provoquera un déplacement de franges d'interférence : une vis micrométrique actionne un dispositif optique, qui permet de ramener ces franges à leur position zéro (déterminée au préalable en mettant de l'eau distillée dans les 2 cuves).

Evidemment, il est indispensable que les cuvettes de l'interféromètre soient absolument sèches avant l'introduction des solutions.

Molécules de "dextranes" disponibles sur le marché (suédois).

| Nature | Masse molaire | Diamètre en nm |
|---|---|---|
| Glucose | 180 | 0,8 |
| Maltose | 342 | 1,0 |
| Raffinose | 504 | 1,2 |
| Stachyose | 666 | 1,4 |
| Dextranes | 2600 | 2,6 |
| " | 4300 | 3,3 |
| " | 6100 | 3,9 |
| " | 11200 | 5,1 |
| " | 21800 | 6,8 |
| " | 39800 | 9,0 |
| " | 72000 | 12,0 |
| " | 150000 | 16,5 |
| " | 420000 | 27,0 |
| " | 2000000 | 56,0 |
| " | 24000000 | 160,0 |

...

APPLICATIONS AU CAS DE FIBRES DE VISCOSE FATIGUEES ET NON FATIGUEES.

Des filés de viscose de 20 tex non fatigués, et fatigués par extensions répétées, sous charge statique de 20 g/fil et à 2,5 % de taux d'extension ont donné les résultats suivants :

Non fatigué :

Dextrane 420000 (27 nm) : 1,472 cm3/g CV : 3,6 % : 1,494 - 1,511 - 1,411

Glucose (0,8 nm) : 0,686 cm3/g CV : 3,9 % : 0,698 - 0,731 - 0,651 - 0,657

Fatigué :

Dextrane 420000 (27 nm) : 1,52 cm3/g CV : 3 % : 1,517 - 1,525 - 1,513

Glucose (0,8 nm) : 0,657 cm3/g CV : 3 % : 0,635 - 0,682 - 0,658 - 0,652

---

# ANNEXE 3 (A3)

## APPLICATION DE LA DIFFRACTION DES RAYONS X AU CAS DE LA LAINE

### METHODE.

On utilise une méthode par transmission, appliquée à une mèche plate de fibres de 0,6 mm d'épaisseur et placé verticalement au centre du diffractomètre dans un support qui permet : (voir figure FA3a page A3/2)

- un mouvement alternatif de la mèche de fibres devant le faisceau de rayon X (mouvement 1),

- un mouvement de rotation de la mèche dans son plan (mouvement 2) autour de l'axe d'incidence des rayons X.

Pour une position fixée du compteur, c'est-à-dire pour un angle $\theta$ donné, et en faisant tourner la mèche de fibres dans le plan P on enregistre l'intensité de diffraction sur des cercles concentriques. Pour varier l'angle $\theta$, on varie la position du compteur.

### APPAREIL UTILISE.

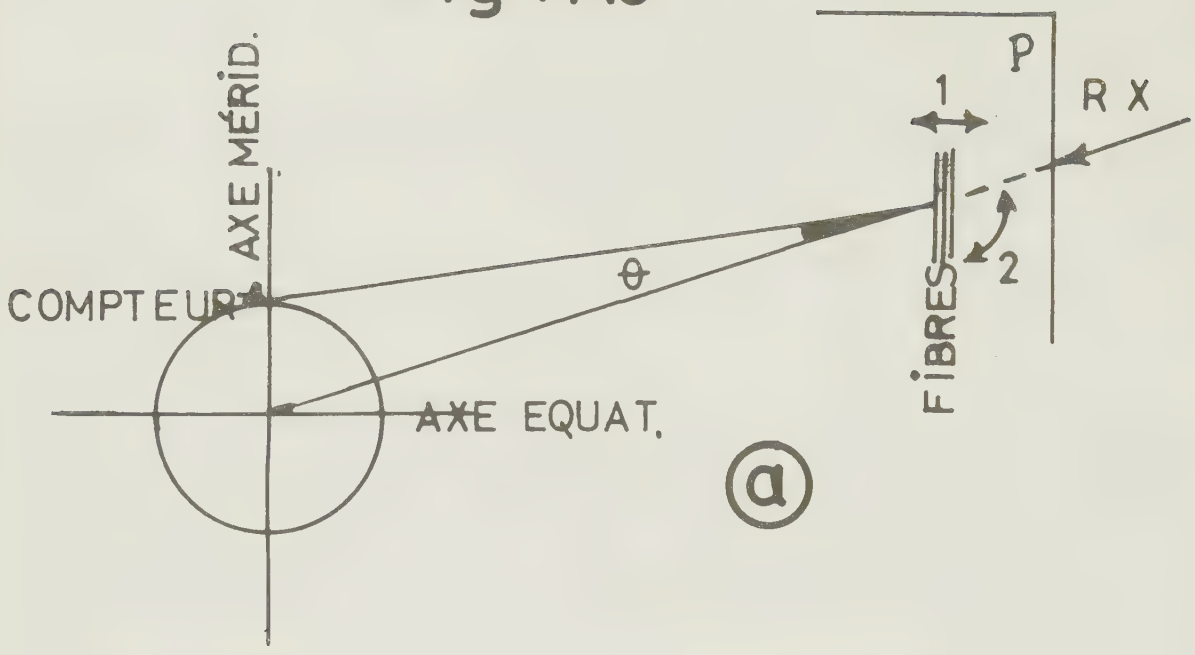
L'appareil utilisé est un goniomètre Texture Philips P.W. 1048 en utilisant la radiation $K_\alpha$ du Cu sous 40 kV - 20 m A correspondant aux distances réticulaires à étudier ; la méthode par transmission avec un compteur permet de faire des expositions de durées réduites ce qui évite une trop forte dégradation des fibres.

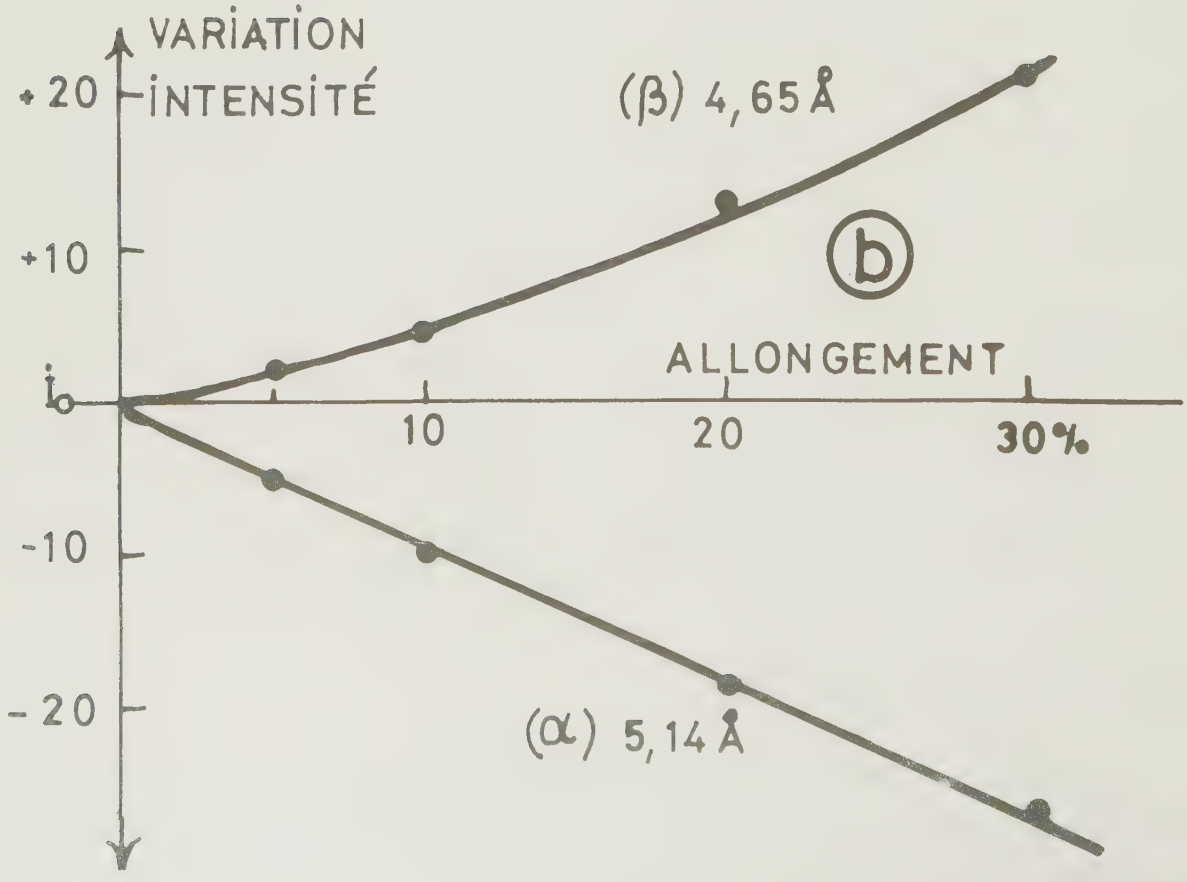
### TECHNIQUE APPLIQUEE A LA LAINE.

La figure de diffraction est caractérisée dans le cas de fibres de laine Texel sans extension par un halo en position équatoriale correspondant à la distance réticulaire de 9,8 Å et une bande en position méridionale correspondant à la distance réticulaire de 5,14 Å. La réflexion équatoriale de 9,8 Å est engendrée par la distance séparant les chaînes individuelles $\alpha$ qui agiraient comme des centres diffractant

...

# Fig. FA3


AXE MÉRID.
COMPTEUR
θ
AXE EQUAT.
P
1
2
R X
FIBRES
a


VARIATION
INTENSITÉ
+20
+10
i₀
-10
-20
(β) 4,65 Å
(α) 5,14 Å
b
ALLONGEMENT
10
20
30%

et la réflexion méridionale de 5,14 Å correspond à la projection du pas de l'hélice α Sous extension de la laine un halo en position équatoriale correspondant à la distance réticulaire 4,65 Å est engendré par la distance séparant les chaînes individuelles β. Pour suivre l'évolution des domaines α et β au cours de l'étirement de la laine (à 1,6 % par heure), nous avons donc suivi les intensités pour 5,14 Å de réflexion méridionale (α) et pour 4,65 Å de réflexion équatoriale (β).

On a donc effectué des mesures d'intensités sur des échantillons de laine étirée à 5, 10, 20 et 30 %.

La mèche de fibres est collée à une extrémité à l'aide d'araldite à la base de la cellule et à l'autre extrémité entre deux plaques de chlorure de polyvinyle qui sont fixées à la mordache mobile d'une micromachine Chévenard permettant ainsi l'allongement.

RESULTATS.

La première constatation est qu'au fur et à mesure de l'étirement, même jusqu'à 30 %, il n'y a pas de déplacement des réflexions de 5,14 Å ou de 4,65 Å , ce qui signifie qu'il n'y a pas de modification des distances réticulaires.

Par contre en fonction de l'étirement l'intensité de la réflexion α diminue, tandis que la réflexion β augmente ; ce qui est expliqué par le fait que l'hélice α se transforme point par point (à une extrémité) en domaine β et d'une façon monotone (voir figure FA3b).

---

# BIBLIOGRAPHIE

ALFREY T., 1947 - 1948
*Mechanical Behavior of High Polymer*
de la Série High Polymers : Tome VI
Interscience Publ. Ed.

ANDREWS E.H., 1969, dans :
*Testing of Polymers*
publ. par W.E. BROWN,
Interscience Publishers, John Wiley & Sons,
New York, Londres, Sydney, Toronto, 1969
Vol. IV ; Chap. : "Fatigue in Polymers" p. 237 - 296.

ANDREWS E.H., WALKER B.J., 1971
*Fatigue fracture in polyethylene*
Proc. R. Soc. Lond. A325, p. 57 - 79.

ANTHONY R.L., CASTON R.H., GUTH E., 1942
*Soft rubber : equations of state*
J. Phys. Chem. 46 p. 826 - 840.

AXELRAD D.R., 1970
*Mechanical models of relaxation phenomena*
Adv. Mol. Relaxation Processes 2 p. 41 - 68.

AXELRAD D.R., PROVAN J., 1971
*Stochastic models of relaxation phenomena*
Rheol. Acta 10 p. 330 - 335.

BACKMAN D.K., DEVRIES K.L., 1969
*Formation of free radicals during machining and fracture of polymers*
Jl. Polym. Sci. A1 7 p. 2125 - 2134.

BARELLA A., 1959
*Nouveaux aspects de l'étude de la torsion des fils*
Am. Sci. Text. belges (n° 1) p. 7 - 37.

BARELLA A., 1960, 1961
*Contribution à l'étude du comportement des fils de laine peignée aux extensions répétées*
Rapport n° 1 Comité Technique de la Fédération Lainière Internationale
Venise 1960
Repris dans : Investigacion e informacion textil 4 (1) p. 3 - 10.

BARELLA A., SUST A., 1962
*Contribution à l'étude du comportement des fils de laine peignée soumis simultanément à des efforts de frottement et d'extensions répétées*
L'Industrie Textile 906 p. 685 - 690.

...

BARELLA A., 1966
*Die Anwendung der Weibull Verteilung auf Ermüdungseigenschaften textiler Materialien*
Textil. Ind. 68 (7) p. 495 - 501.

BARELLA A., 1966
*L'application de la distribution de WEIBULL aux phénomènes de fatigue des matériaux textiles*
Ann. Sci. Text. belges 8 (3) p. 73 - 99

BARELLA A., 1966
*The Abrasion testing of woollen fabrics. I On the statistical interpretation of abrasion testing of woollen fabrics*
Rapport n° 3, Comité Technique Fédération Lainière Internationale
Paris (20 déc. 1966).

BARELLA A., GIBERT J.M., 1969
*L'Application de la distribution de WEIBULL aux essais de fatigue des matériaux textiles : difficulté d'interprétation des résultats*

BARELLA A., 1971
*L'Application d'essais abrégés de fatigue aux fils de laine*
Rapport n° 2, Comité Technique Fédération Lainière Internationale
Paris (déc. 1971).

BECHT J., FISCHER H., 1969
*Zur Bildung freier Radikale bei der Dehnung von Polycaprolactam*
Koll. Z., Z. f. Polym. 229 p. 167 - 168.

BECHT J., FISCHER H., 1970
*E.S.R., D.T.A. und Molekulargewichtsuntersuchungen an mechanisch beanspruchten Kunststoff Fäden*
Koll. Z., Z. f. Polym. 240 p. 766 - 774.

BENDIT E.G., 1960
*Quantitative X Ray diffraction study in the α-β transformation in Wool Keratin*
Text. Res. J. 30 p. 547 - 555.

BINDER K., TSCHAMLER H., 1970
*Ein graphisches Verfahren zur Ermittlung der Dehnungen bei langzeitigen nicht isothermen Kriechversuchen*
J. Polym. Sci. (C) 31 p. 291 - 310.

BÖHM F., 1953
*Versicherungsmathematik. II.*
(Sammlung Göschen Bd. 917)
W. de Gruyter & Co. Ed. Berlin

BONA M., BARELLA A., 1966
*Un tentativo di previsione del comportamento a telaio di filati di lana incollati*
Laniera 81 (n° 1) p. 13 - 22.

BOYCE P.H., TREOLAR L.R.G., 1970
*The thermoelasticity of natural rubber in torsion* ...
Polymer, 11 p. 21 - 30.

BROWN A., 1955
*Second order transition temperature and fiber properties*
Text. Res. Jl. 25 (11) p. 891 - 901.

BRUNAUER S., DEMING L.S., DEMING W.E., TELLER E., 1940
*On a theory of the Van der Waals adsorption of gases*
J. Amer. Chem. Soc. 62 (7) p. 1723 - 32.

BRYANT G.M., WAKEHAM H., 1955
*Entropy Changes accompanying the stretching of Cellulose fibers in water*
Text. Res. J. 25 p. 224 - 235.

BUCKINGHAM, 1970
*Intermolecular forces*
Chimie pure et appl. 24

BUECHE F., 1962
*Physical Properties of Polymers*
J. Wiley éd. New York.

BUVET R., 1970
*Théorie de la viscoélasticité linéaire.*
*Rhéologie linéaire expérimentale des matériaux macromoléculaires.*
Chap.IV et V de : Chimie Macromoléculaire I publié sous la direction de
G. CHAMPETIER, R. BUVET, J. NEEL, P. SIGWALT
Hermann éd. Paris.

BUVET R., ROBINET J.C., 1970
*Propriétés viscoélastiques des polymères solides*
Chap. VI de : Chimie Macromoléculaire I publié sous la direction de
G. CHAMPETIER, R. BUVET, J. NEEL, P. SIGWALT
Hermann éd. Paris

CAMPBELL D., PETERLIN A., 1968
*Free radial formation in uniaxially stressed Nylon*
J. Polym. Sci. (B) 6 n° 7 p. 481 - 485.

CATOIRE B., HAGEGE R., MEIMOUN D., 1969
*Sur quelques conditions d'emploi du tétroxyde d'osmium pour révéler par microscopie électronique des structures gonflées*
Bull. I.T.F. 23 n° 143, p. 521 - 525.

CHABERT J., DIEMUNSCH J., 1962
*Contribution à l'étude de la sorption des fibres textiles*
Bull. I.T.F. 16 n° 99, p. 205 - 266.

CHAMPETIER G., 1965
*La chimie macromoléculaire et la laine*
IIIe Congrès International de la Recherche Lainière
(CIRTEL) Paris, éd. I.T.F., Section I p. 19 à 38.

...

CHAPMAN B.M., 1969
*A review of the mechanical properties of keratine fibres*
J. Text. Inst. 60 p. 181 - 207.

CLOUGH S.B., SCHNEIDER N.S., KING A.O., 1968
*Small angle X Ray Scattering from polyurethane elastomers*
J. Macrom. Sci. (Phys.) (B2)p. 641 - 648.

COLEMAN B.D., 1956
*Application of the theory of absolute reaction rates to the creep failure of polymeric filaments*
J. Polym. Sci. 20 p. 447 - 455.

DAVIDOVITS J., 1971
*Note sur la structure fine des fibres de polyester soumis à des traitements thermiques. Une interprétation des résultats obtenus en microscopie électronique.*
Bull. I.T.F. 25 n° 157 (nov.- déc. 1971) p. 987 - 994.

DOLMETSCH H., 1970
*Gesetzmässige physikalische Veränderungen der Fibrillärstruktur in Spinnfasern aus Cellulose und synthetischen Polymeren*
Melliand Text. Ber. 51 p. 182 - 190.

DRISCH N., PRIOU R., 1962
*Etudes sur les fibres polynosiques :*
*I - Introduction aux travaux de l'Institut Textile de France sur les fibres polynosiques*
Numéro Spécial du Bull. de l'I.T.F. p. 3 - 17.

DUBIEF J., 1970
*Des lois statistiques relatives à la résistance à la rupture des corps macromoléculaires*
L'Industrie Textile n° 992 (juil.- août 1970) p. 507 - 514.

DUBOIS P., 1963
*Plastiques Modernes Tome II : Plasturgie*
Masson et Cie, éd. ; Paris.

EVERETT D.W., 1969
*The application of high temperature/low coverage gas adsorption measurements to the determination of the surface area of solids.*
*Proceedings of the International Symposium on surface aua determination (Bristol), Butterworths, London*
(Pure & Applied Chemistry 1970) p. 181 - 216.

EXBRAYAT P., 1970
*Contribution à l'étude systématique de l'encollage.*
*13e Comm. : Etude des extensions répétées des fils et filés*
*2. Nouvel extenseur à répétition, automatique.*
Bull. I.T.F. 24 n° 150 (sept.- oct. 1970) p. 801 - 813.

...

EYRING H., GLADSTONE S., LAIDLER K.J., 1941
*The theory of rate processes*
Mc Graw Hill, New York.

FERGUSON J., HOURSTON D.J., MEREDITH R., PATSAVOUDIS D., 1972
*Mechanical relaxations in a serie of polyurethanes with varying hard to soft segment ratio*
Europ. Polym. J. 8 p. 369 - 383.

FERGUSON J., PATSAVOUDIS D., 1972a
*Chemical Structure-physical properties relationship in polyurethane elastomeric fibres ; property variations in polymers containing high hard segment concentrations*
Europ. Polym. J. 8 p. 385 - 396.

FLORY P.J., 1953
*Principles of Polymer Chemistry*
Cornell University Press, New York.

FLORY P.J., 1961
*Thermodynamic Relations for high elastic materials*
Trans. Faraday Soc. 57 p. 829 - 839.

FLORY P.J., 1971
*Configuration dependent properties of polymer chains*
Pure & Appl. Chem. 26 p. 309 - 326.

FORD J.E., 1963
*A microscopical Study of Strain induced effects in Man Made Fibers*
J. Text. Inst. 54 T484 - 500.

FRANK F., SINGLETON R.W., 1964
*A Study of factors influencing the tensile fatigue behavior of yarns*
Text. Res. J. 34 n° 1 p. 11 - 19.

FRASER R.D.B., MACRAE T.P., MILLER A., STEWART F.H.C., SUZUKI E., 1965
*The molecular structure of alpha-keratin*
IIIe CIRTEL, Paris éd. ITF Sect. I p. 85 - 94.

GEE G., 1946
*Dry and swollen Rubbers : elastic behaviour*
Trans. Faraday Soc. 42 p. 585 - 598, voir aussi : Colloids and Fibres : Swelling and Shrinking ; Discussion ; Nature 158 571 - 572 (1946).

GEE E., 1966
*The present status of the theory of Rubber Elasticity*
Polymer 7 p. 373 - 385.

GENT A.N., LINDLEY P.B., THOMAS A.G., 1964
*Cut growth and fatigue of Rubbers*
*I. The Relationship between Cut Growth and fatigue*
Jl. of Appl. Polym. Sci. 8 p. 455 - 466.

...

GOLDSTEIN M., 1966
*A model for cold flow in amorphous polymers*
Polym. Letters 4 p. 87 - 91.

GOODING E.J., 1932
*Investigation on the tensile strength of glass*
J. Soc. Glass Techn. 16 p. 145 - 170T.

GORDON J.E., 1968
*The new science of strong Materials*
Pelican Book A920, Penguin Books Ltd., Londres.

GRIFFITH A.A., 1920 - 1921
*The phenomenon of rupture and flow in solids*
Phil. Trans. Roy. Soc. (London) 221A p. 163 - 170.

GUMBEL H.J., 1958
*Statistics of Extremes*
Columbia Univ. Press, New York.

GUTH E., 1970
*Recent developments in the statistical mechanics of polymers*
J. Polym. Sci. (C) 31 p. 267 - 274.

GÜTTLER H., 1959
*Zur Auswertung von Scheuerprüfungen am Garn*
Textil Praxis 14 (12) p. 1208 - 1212.

HAGEGE R., KASSENBECK P., MEIMOUN D., PARISOT A., 1969
*Electron microscopy of cellulosic structures by inclusion of stainable unsaturated polymers*
Tex. Res. J. 11 p. 1015 - 1022.

HAJMASY T., 1968
*Characteristics of the fatigue processes of synthetic fibres*
Acta Techn. Acad. Sci. Hungar. 29 p. 167 - 193 voir aussi :
*Creep unter Cyclic Tension in relation to the theory of Retardation*
Processes Text. Res. J. 36 (12) p. 1102 - 1106 (1966).

HASSELMAN D.P.H., 1969
*Unified theory of thermal shock fracture initiation and crack propagation in brittle Ceramics*
Jl. of the Amer. Ceramic Soc. 52 (11) p. 600 - 604.

HEARLE J.W.S., GREER R., 1970
*On the form of lamellar crystals in nylon fibres*
J. Text. Inst. 61 (5) p. 240 - 244.

HEARLE J.W.S., 1972
*An Atlas of fibre fracture - I*
The Textile Manufacturer 99 n° 1164 (janv. - fév.) p. 14 - 15.

HERTZBERG R.W., NORDBERG H., MANSON J.A., 1970
*Fatigue crack propagation in Polymeric materials*
J. Mat. Sci. p. 521 - 526.

...

JOVANOVIC D.S., 1970
*Physical adsorption of gases. I - Isotherms for monolayer and multilayer adsorption (a)*
*II - Practical application of derived isotherms for monolayer and multilayer adsorption (b)*
Koll. Z. 235 (1) ; a = p. 1203 - 1213 ; b = p. 1214 - 1225.

KAMBOUR R.P., 1964
*Refractive Indices and Compositions of Crazes in Several Glassy Polymers*
J. Polym. Sci. A 2 p. 4159 - 4163 et p. 4165 - 4168.

KAMBOUR R.P., 1966
*Mechanism of fracture in Glassy Polymers*
*II - Survey of Crazing Response crack propagation in several polymers et :*
*III - Direct observation of the Craze and of the propagating crack in PMM and polystyrene*
II : J. Pol. Sc. A 2 4, p. 17 - 24 et III : p. 349 - 358.

KAMBOUR R.P., 1968
*The Role of crazing in the mechanism of fracture of Glassy Polymer*
Appl. Polym. Symp. 7 p. 215 - 235.

KASSENBECK P., 1956
*Application de l'ultra microtomie à l'étude de la structure fine des fibres de rayonne viscose*
Bull. I.T.F. avril n° 61 p. 7 - 21.

KASSENBECK P., 1965
*Contribution à l'étude de la structure supramoléculaire des fibres kératiniques*
IIIe Congrès International de Recherche Textile Lainière
CIRTEL Paris Sect. I p. 115 - 134 et p. 135 - 146.

KAST W., 1956
*Struktur und mechanische Eigenschaften von Faserstoffen A. Textur*
Chap. 7 de : Physik der Hochpolymeren : Vol. 4, Springer, Berlin, Göttingen, Heidelberg

KEY P.L., 1969
*A relation between crack surface Displacements and the Strain energy release rate*
Int. J. Fract. Mech. 5 (4) déc. p. 287 - 296.

KOUKINE G., 1969
*Les extensions répétées des fils de coton*
1er Symp. Intern. de la Recherche Textile Cotonnière Paris (avril 1969) p. 361 - 377.

KEWORKIAN A., 1960
*(en fr.) : L'influence de la torsion sur la résistance à la traction et à l'abrasion des fils en fibres chimiques*
Tech. Textil. Prom. 2 p. 9 - 16.

KUHN W., 1934
*Die Gestalt fadenförmiger Molekülen in Lösung*
Koll. Z. 68 p. 2 - 15.

KUHN W., 1936
*Beziehungen zwischen Molekülgrösse, statistischen Molekülgestalt und elastischen Eigenschaften hochpolymerer Stoffe*
Koll. Z. 76 p. 258 - 271.

KUHN W., 1939
*Molekülkonstellation und Krystallitorientierung als Ursachen kautschukähnlicher Elastizität*
Koll. Z. 87 p. 3 - 12.

KUHN W., 1939
*Beziehungen zwischen Viskosität und elastischen Eigenschaften amorpher Stoffen*
Z. phys. Chem. B42 p. 1 - 38.

LARTICLE M., LEFEBVRE S.G., EECKMAN F.A., 1968
*Formation de la structure d'une fibre acrylique*
Annales Scientifiques Textiles Belges n° 2-6/68.

LAUCKNER A., WÄCHTER H., 1958
*Reibungs und Scherversuche an Fäden*
Deut. Textiltechn. 8 p. 511 - 517. voir aussi :
*Reibungs und Scherversuche an Fäden*
Rey. Zellw. Chemiefasern : 1959, 9 (5) p. 323 - 327.

LEADERMAN H., 1941
*Textile Materials and the time factor*
*I - Mechanical behavior of textile fibres and plastics*
Text. Res. 11 p. 171 - 193. voir aussi
LEADERMAN H., 1943
*Elastic and creep properties of filamentous materials and other high Polymers*
The Textile Foundation Washington.

LORENZ E., 1954
*Biological effects of external X and Gamma radiation*
Mc Graw Hill, éd. New York.

LYONS J., 1969
*Relationship between lifetime and strain amplitude in the fatigue of fibers*
Notes on Research n° 181 (février 1969).

MANDEL J., 1958
*Le corps boltzmanien viscoélastique*
Cahiers du Gr. Fr. Rhéol. 3 n° 4 p. 5 et 35 voir aussi Rheol. Acta 1 p. 141 - 146 (1958).

MANSON S.S., 1966
*Thermal stress a low cycle fatigue*
Mc Graw Hill, New York.

MARK H., 1943
*High Polymers V - Cellulose and its derivatives*
Interscience publ. New York (partic. p. 1001 et les suivantes).

MARK H., 1949
*Physics and Chemistry of Cellulosic fibres*
Elsevier Publ. Cy., Londres, Amsterdam.

...

MARTIN H., 1960
*L'exploitation statistique des indices de résistance à la flexion et au frottement exemples de fonctions logarithmiques normalement dispersées.*
Ray. Fibr. Synth. 10 p. 391 - 398 et 645 - 651.

MATHIEU M., 1958
*Comportement rhéologique et structure (rhéologie linéaire).*
Conférence faite au séminaire de Rhéologie 1958 à Paris publiée dans :
Cahiers du Groupe Français d'Etudes rhéologiques IV n° 1 p. 5 (1959).

MATHIEU M., 1959
*Comportement rhéologique et structure (rhéologie non linéaire).*
Conférence faite au séminaire de Rhéologie 1959 à Paris publiée dans :
Cahiers du Groupe Français d'Etudes rhéologiques V n° 1 p. 11 - 27 (1960).

MATTHES M., 1947
*Garnscheuerprüfungen*
Mell. Text. 28 p. 150 - 153.

MEARES P., 1965
*Polymers : Structure and Bulk Properties.*
Van Nostrand & Cie, Londres.

MEIMOUN D., PARISOT A., 1969
*Improved resilience by formation of elastomers inside coton fibers.*
*Part I - Working hypothesis and process of polymer inclusion*
Text. Res. J. 39 (6) p. 560 - 567.

MERCIER J.P.,GROENINCKX G., 1968
*La cristallisation du polycarbonate de bisphénol A et l'étude des propriétés physiques du polymère cristallisé*
Exposé à l'assemblée annuelle du Groupe français de Rhéologie le 30.10.1968
(Revue de Chimie Minérale Numéro Spécial 15 Mai 1970 : p. 186 - 187). voir aussi :
MERCIER J.P., GROENINCKX G., LESNE M., 1967
J. Polym. Sc. 16 2059
MERCIER J.P., GROENINCKX G., GOLDBLUM K.B., 1969
Rheol. Act. 8 n° 4 p. 504 - 509, 510 -

MEYER K.H., VON SUSICH G., VALKO E., 1932
*Die elastischen Eigenschaften der organischen Hochpolymeren und ihre kinetische Deutung*
Koll. Z. 59 p. 208 - 216.

MEYER K.H., FERRI C., 1935
*Sur l'élasticité du caoutchouc*
Helv. Chim. Act. 18 p. 570 - 589.

MORICE E., 1966
*Quelques modèles mathématiques de durée de vie*
Rev. Stat. Appl. 14 n° 1 p. 45 - 126.

MORICE E., 1968
*Quelques problèmes d'estimation relatifs à la loi de Weibull*
Rev. Stat. Appl. 16 n° 3 p. 43 - 63.

...

MURRAY J., HULL D., 1969
*Nucleation and Propagation of Cracks in Polystyrene*
Polymer 10 p. 451 - 465.

MURRAY J., HULL D., 1970
*Direct observation of Cavity formation in thick crazes*
Polymer Letters 8 p. 159 - 163.

OWEN A.E., LOCKE J., 1926
*The measurement of the resistance of yarns to abrasion*
J. Text. Inst. 17 p. T567 - T582.

PERSOZ B., 1960
*Introduction à la Rhéologie*
Dunod éd. Paris.

POROD G., 1951
*Die Röntgenkleinwinkelstreuung von dichtgepackten kolloiden Systemen*
Koll. Z. 124 (n° 2 : nov. 1951) p. 83 - 114.

PREVORSEK D., LYONS W.J., WHITWELL J., 1963
*Statistical treatment of data and extreme value theory in relation to fatigue in textiles*
Text. Res. J. 33 p. 963 - 972.

PREVORSEK D.C., 1971
*Structure of semicrystalline fibres from interpretation of anelastic effects*
Polym. Sc. Symp. n° 32 p. 343 - 375.

PRINS W., BLOCKLAND R., 1969
*Elasticity and structure of chemically Crosslinked Polyurethanes*
J. Polym. Sci. A 2 7 p. 1595 - 1618
(voir aussi : DUSEK K. et PRINS W., 1969 Fortschr. Hochpolym. Forsch. 6 p. 1 - 10).

RENOUPREZ A., DALMAI G., WEIGEL D., IMELIK B., 1967
*Application de la diffusion centrale des Rayons X à l'étude des solides poreux. III - Limites d'application de la loi de POROD.*
J. Chim. Phys. 64 (n° 6) p. 934 - 941.

RENOUPREZ A., 1969
*Small angle scattering of X-Rays*
Proceedings of the International Symposium on surface area determination (Bristol 16 - 18 juillet 1969) publié par Butterworths, London (Pure and Applied Chemistry 1970) p. 361 - 367.

RITTER H.L., DRAKE L.C., 1945
*Pore size distribution in porous material.*
*Pressure porosimeter and determination of complete macropore size distribution.*
Ind. Engng. Chem. (Anal. Ed.) 17 (12) p. 782 - 786.

RIVLIN R.S., THOMAS A.G., 1953
*Rupture of Rubber. I - Charakteristic energy for tearing.*
J. Polym. Sci. 10 p. 291 - 318.

...

ROUQUEROL F., 1968
*Texture des solides poreux ou divisés*
Les Techniques de l'Ingénieur, Mesures, page P 3645-1 à P 3645-14.

SACK R.A., 1946
Proc. Phys. Soc. (London) 58 p. 729 - 731
voir aussi :
*Dispersions : rheological properties : theory*
H. FRÖHLICH, R. SACH
Proc. Roy. Soc. (1946) A185 - p. 415 - 430.

SCHÄCHTER S., 1968
*Théorie statistique à deux paramètres de la fatigue des matériaux*
Thèse de Doctorat-es-sciences, Faculté des Sciences d'Orsay
Université de Paris (juin 1968).

SCHUTZ R.A., BLIN J.R., 1971
*Contribution to the study of wool during drying*
Appl. Polym. Symp. n° 18 p. 1131 - 1141.

SCHUTZ R.A., REITZER M.-Th., 1972
*Contribution à l'étude de la tenue à la fatigue de la laine*
Bull. I.T.F. 1 (n° 1) p. 77 - 84.

SCHWARZL F., STAVERMAN A.J., 1956
*Bruchspannung und Festigkeit von Hochpolymeren*
p. 165 - 213.
dans : Die Physik der Hochpolymeren publié par H.A. STUART ; Vol. IV : Theorie und molekulare Deutung technologischer Eigenschaften von hochpolymeren Werkstoffen.
Springer Verlag, Berlin, Göttingen, Heidelberg, 1956.

SHIGEOKASE, 1953
*A theoretical Analysis of the distribution of tensile strength of vulcanized Rubber*
J. Polym. Sci. 11 p. 425 - 431.

SIPPEL A., HEIM E., 1961
*Auswertung textiler Messwert kollektive Mathematische Beschreibung der Ergebnisse der periodischen, zum Bruch führenden Querbeanspruchung von Faserkollektiven*
Chemiefasern (fév. 1961) p. 116 - 120, 124.

SIPPEL A., HEIM E., 1962
*Auswertung textiler Messwert kollektive II*
Z. f. ges. Textilind. 64 (1) p. 6 - 14.

SIPPEL A., HEIM E., 1963
*Auswertung textiler Messkollektive III*
Chemiefasern (avril 1963) p. 275 - 284.

SIPPEL A., 1965
*Auswertung textiler Messkollektive IV - Zusammenhang zwischen Art des Prüfmaterials und Art der Verteilung auf dem Gebiet textilmechanischer Prüfung.*
Z. f. ges. Textilind. 67 (2) p. 87 - 92.

...

SIPPEL A., 1966
*Auswertung textiler Messkollektive*
Mat. Prüf. 8 p. 139 - 144.

SIPPEL A., 1969
Textil Praxis 25 p. 285.

SIPPEL A., 1970
*Berechtigen die Besonderheiten synthetischer Filamente zur Anwendung besonderer Auswertungsmethoden bei gewissen textilmechanischen Prüfungen ?*
Chemiefasern 20 (avril 1970) p. 297 - 299.

SLINGER R.I., 1964
*Some Applications of statistical extreme value theory to yarn breakage*
Text. Res. J. 34 (1) p. 5 - 10.

SLUZKER A., 1970
*Der Zerstörungsvorgang in Festkörpern*
Ideen des exakten Wissensch. 7 p. 421 - 429.

SMEKAL A.G., 1952
*New results on molecular mobility and reactivity at contacts between Solids*
Proc. Intern. Symp. on Reactivity of Solids, Gothenburg p. 125 - 132.

SMEKAL A.G., 1953
*Der Mechanismus des Bruches*
Österr. Ing.-Archiv 7 p. 49 - 58 voir aussi :
*Bond differences between crystalline and amorphous conditions*
Naturwiss. 39 p. 505 - 506 (1952).

SMITH T.L., 1970
*Rupture processes in Polymers*
Pure & Appl. Chem. 23 p. 235 - 253.

SNEDDON I.N., 1969
*Transform solutions of crack problems in the theory of elasticity*
Z. Angew. Math. Mech. (ZAMM) 49 (1 - 2) p. 15 - 23.

SOTTON M., 1970
*Développement d'une technique de révélation des structures microporeuses. Application aux hauts polymères fibreux.*
C.R.Acad. Sc. Paris 270 (B) (20 mai 1970) p. 1261 - 1264.

STATTON W.O., 1967
*The orientation of Molecules in Fibers*
Jl. Polym. Sc. (C) n° 20 p. 117 - 144.

STAVERMAN A.J., SCHWARZL F., 1956
*Linear Deformation Behaviour of High Polymer* p. 1 - 121
*Non Linear Deformation Behaviour of High Polymer*
p. 126 - 158 dans : Die Physik der Hochpolymeren publié par H.A. STUART ; Vol. IV : Theorie und molekulare Deutung technologischer Eigenschaften von hochpolymeren Werkstoffen. Springer Verlag, Berlin, Göttingen, Heidelberg, 1956.

...

STONE J.E., SCALLAN A.M., 1967
*The effect of component removal upon the porous Structure of the cell walls of wood. II - Swelling in water and the fiber saturation point.*
TAPPI 50 (10) p. 496 - 501.

STONE J.E., SVALLAN A.M., ABRAHAMSON B., 1968
*Influence of beating on Cell Wall Swelling and Internal Fibrillation*
Svensk Papperstidning 71 (19) p. 687 - 694.

STONE J.E., TREIBER E., ABRAHAMSON B., 1969
*Accessibility of regenerated cellulose to solute molecules of a molecular weight of 180 to 2 x $10^6$.*
TAPPI 52 (1) p. 108 - 110.

STUART D.A., ANDERSON O.L., 1953
*Application of rate-process theory to glass : electrical conductivity*
J. Amer. Ceram. Soc. 36 p. 27 - 30.

SZÖCS F., BECHT J., FISCHER H., 1971
*On free radical recombination in irradiated and in strained fibres of polyamides*
Europ. Polym. J., 7 p. 173 - 179.

TAKAYANAGI M., 1963
Mem. Fac. Eng. Kyushu Univ. 23 (1) p. 1 - 10 voir aussi :
Kautsch. Gum. Kunst. Plast. 17 p. 164 - 173 (1964).

TANENHAUS S.J., 1947
*The median as a typical value for Walker yarn Abrader data*
Text. Res. J. 17 p. 281 - 286.

TAUCHERT T.R., AFZAL S.M., 1967
*Heat generated during torsional oscillations of polymethylmethacrylate tubes*
J. Appl. Phys. 38 p. 4568 - 4577.

THIRION P., CHASSET R., 1967a
*Sur une relation empirique linéaire entre le déploiement des chaînes des réseaux macromoléculaires et les déformations macroscopiques. Loi de comportement élastique à l'état sec.*
C.R.Acad. Sci. Paris 264 p. 958 - 961.

THIRION R., CHASSET R., 1967
*Relaxation viscoélastique des vulcanisats de caoutchouc en extension*
Chim. Ind., Génie Chim. 97 p. 617 - 626.
(voir aussi : Chap. III du 1er Tome : Chimie Macromoléculaire publié sous la direction de MM. CHAMPETIER, BUVET, NEEL et SIGWALT, cher Hermann, Paris (1970).

TOBOLSKY A.V., 1960
*Properties and Structures of Polymers*
J. Wiley, New York.

...

TOBOLSKY A.V., 1967
*Viscoelasticity of Amorphous Solids and Polymers.*
*Surfaces and Coatings related to paper and Woods.*
(Symposium report) Syracuse University Press, Syracuse N.Y.

TREOLAR R.L.G., 1958
*The physics of Rubber Elasticity*
Oxford University Press, Oxford.

TUNG L.H., 1965
*Stress cracking of polyethylene Examined from the Viewpoint of critical strain*
Jl. of Polym. Sci. (A) 3 p. 1045 - 1061.

VOLKENSTEIN M.V., GOTTLIB I.Y., PTITSYN O.B., 1959
*(fr. : Contribution à la théorie de la haute élasticité caoutchoutique)*
Vysokomol Soedin 1 p. 1056 - 1062.

WEIBULL W., 1961
*Fatigue testing and Analysis of results*
Pergamon Press ed., Oxford, Londres, New York, Paris.

WILLIAMS M.W., LANDEL R.F., FERRY J.D., 1955
*The temperature dependence of relaxation mechanisms in amorphous polymers and other glass forming liquids*
J. Amer. Chem. Soc. 77 p. 3701 - 3707.

WINKLER F., 1962
*Zur Bestimmung des zugelastischen Verhaltens von Textilien*
Faserforsch. u. Textiltechn. 13 p. 211 - 223.

WIPPLER C., 1971
Discussion au cours de la réunion du Groupe Français des Polymères à Strasbourg 1 - 2 décembre 1971.

WOLOCK I., KIES J.A., NEWMAN S.B., 1959
p. 254 et suivantes dans : Fracture, de : AVERBACH B.L;, FELBECK O.K., HAHN G.T., THOMAS D.A. ; J. Wiley éd. New York.

ZHURKOV S.N., SAVOSTIN A.G., TOMASCHEVSKII E.E., 1964
*(en fr. : Etude RPE du mécanisme de rupture des polymères).*
Dokl. Akad. Nauk. URSS 159 p. 303 - 315.

ZHURKOV S.N., TOMASCHEVSKY E.E., 1966
in : *Physical Basis of Yield and Fracture* publ. par A.C. STICKLAND
Inst. Phys. & Phys. Soc., Conf. Series n° 1 Londres p. 200.

ZILAHI M., KELEN I., 1957
*Investigations on the sizing effect by means of sized cotton rovings*
Acta Tech. Acad. Sci. Hungar. 18 p. 37 - 49.

---